

EXHIBIT 92

CONFIDENTIEL

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

SAMPLE N° 993865

REANALYSIS

LIST OF CONTENT

SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART

pages 1-4

<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4

SECTION 2 : TECHNICAL PART

pages 5-87

<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and préparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive reference	30
- Negative aliquot and Sample A 993865 for each fraction	34
4-3 Data on Instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 993865 for each fraction.	56
5-3 Data on Instrument performances	68
5-4 Result form	86

SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209

page 88

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Date de l'analyse de contrôle : 20.10.07

Demande

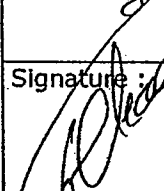
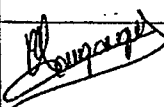
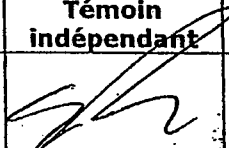
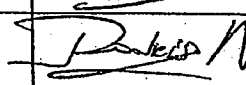
Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 993865

Nature du milieu biologique : Urine

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle

Laboratoire		Témoin indépendant	Expert	Autres
Nom : de Coarvaz	Buisson Stongongu.			USA DA
Signature : 				

Chaîne de détention interne

Lieu de déstockage : Chambre froide Congélateur n°..CH.F.R.1

Conditions de stockage : -80°C -20°C +4°C

Destockage des flacons : A B

Date : 20.10.07. Heure : 10 h.40. Opérateur : AD

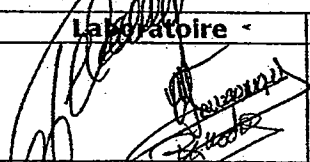
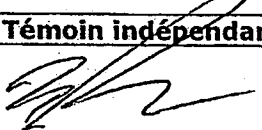
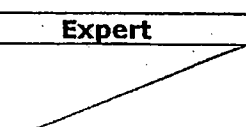

Vérification de l'identification

Système : Versapak Berlinger Autre N° : A 993865

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui Non

Intégrité des scellés : Oui Non

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre USA DA
			

1

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE		

Ouverture du scellé :

Date : 20.10.07 Heure : 10... h.55... Opérateur : 49

Localisation : salle n° 004

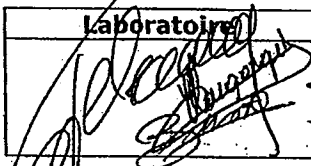
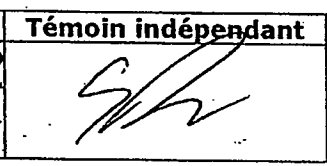
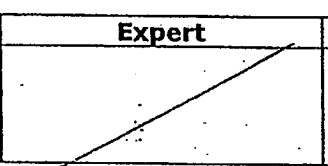
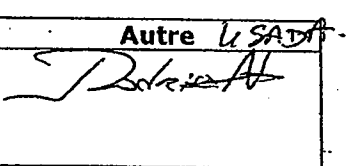
N° du flacon : A993865

Volume : 25 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre <u>USA</u>
			

Remise sous scellé : Oui Non

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur:

Système : Versapak Berlinger Autre

N° de flacon : N° de scellé :

Volume restant :

Lieu de stockage Chambre froide Congélateur n°.....

Conditions de stockage -80°C -20°C +4°C

Stockage de la remis sous scellé

Date :/...../..... Heure : h..... Opérateur :

Validation de la remise sous scellé (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A
		Version : C Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES FLACONS A ET B		

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 993865

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3 puis restockage
19/04/2007 11h20	10	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°4 puis restockage
20/04/2007 10h40	10	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°5
20/04/2007 10h55	49	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
20/04/2007 11h00	49	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B
		Version : C Date : 17/10/2006 1/1
TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B		

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 993865

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
20/04/2007 11h15	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
21/04/2007 9h10	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
21/04/2007 15h09	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
21/04/2007 17h50	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
21/04/2007 18h52	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Absence d'appauvrissement isotopique significatif

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif. 4

LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006	
FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES			
ECHANTILLON			
N° de laboratoire :	<input type="text"/>	N° échantillon : A 993865	
Produit(s) confirmé(s) :	Analyse isotopique 13C / 14C		
pH mesuré en conf :	5,2	Densité affichée en conf : 1,025	
		Réfractomètre n° : 2	
		* Densité corrigée : 1,027	
CONFIRMATION QUALITATIVE			
Essai n° :	EC 31		
Mode opératoire de préparation :	M-EX-24	Version : C	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-52141	Version : A/B	
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
CONFIRMATION SEMIQUANTITATIVE			
Essai n° :	EC		
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version : <input type="text"/>	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>	
	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :	<input type="text"/>		
* Concentration corrigée :	<input type="text"/>		
CONFIRMATION QUANTITATIVE			
Essai n° :	<input type="text"/>		
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	Version : <input type="text"/>	
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :	<input type="text"/>		
* Seuil corrigé :	<input type="text"/>		
DEPISTAGE RAPIDE			
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>	
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>	
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 - HBOCs <input type="checkbox"/>	
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>	
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>			
Code opérateur de l'analyste : 49	Code opérateur du responsable : 10		
Date et paraphe : 22/04/07 <i>[Signature]</i>	Date et paraphe : 22/04/07 <i>[Signature]</i>		
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	5		
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :			

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse CG/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

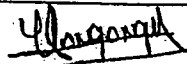
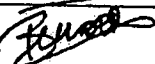
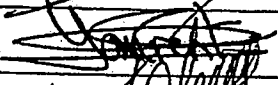
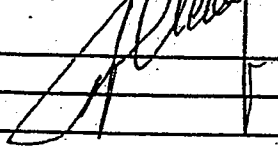
- GC/C/IRMS: M-DP-31

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :
 un blanc urinaire
 un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

CONFIDENTIEL

7

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 1 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	APPLICABLE le <div style="border: 1px solid black; padding: 5px; display: inline-block;">19 JAN. 2006</div>
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte.goutte	
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	CONFIDENTIEL
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	CONFIDENTIEL
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	CONFIDENTIEL
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	

8

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

OpérationsMatérielRéactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine desséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dérivé le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

CONFIDENTIEL

g

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4.
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Traitement des fractions F1, F2 et F3

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

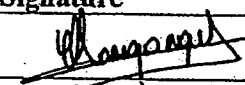
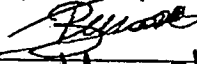

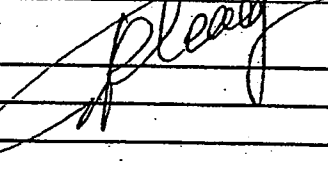
CONFIDENTIEL

Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

10

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEURRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

CONFIDENTIEL

M

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

Documents utilisés: I-M-02, I-N-02

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

12

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

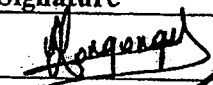
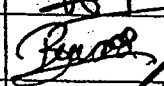
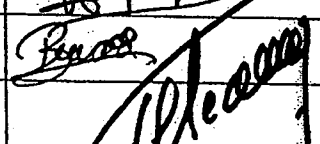
3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

CONFIDENTIEL

13

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

M

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C ₁₈ Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol
Voie 2 : Eau ultrapure
Voie 3 : Acétonitrile
Voie 4 : Rien
Voie 5 : Rien
Voie 6 : Rien
Voie 7 : Rien
Voie 8 : Rien

CONFIDENTIEL

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1
Blanc urinaire 1 tube 2
Blanc urinaire 1
Echantillon 1 tube 1
Echantillon 1 tube 2
Echantillon 1
Blanc urinaire 2 tube 1
Blanc urinaire 2 tube 2
Blanc urinaire 2

15

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Echantillon 2 tube 1
 Echantillon 2 tube 2
 Echantillon 2

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

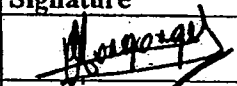
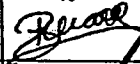

3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Étape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

CONFIDENTIEL

16

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

CONFIDENTIEL

17

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C ₁₈
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

APPLICABLE le
08 SEP. 2005

1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : H₂O (ultrapure)
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

CONFIDENTIEL

2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.

Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

18

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

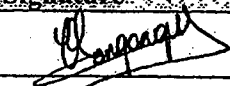
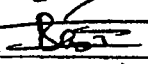
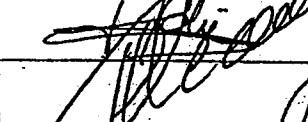
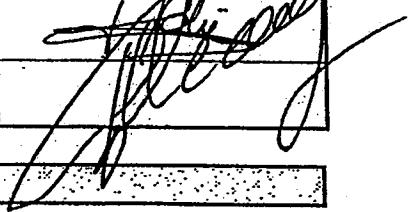
CONFIDENTIEL

3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H ₂ O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH ₃ CN-H ₂ O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH ₃ CN-H ₂ O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH ₃ CN-H ₂ O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH ₃ CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H ₂ O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

19

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS.		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	08/09/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

CONFIDENTIEL

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction: M-EX-24

Echantillon: A 993 865 Sexe: M F

Mise à l'ambient de l'échantillon: Date: 20/04/07 Heure: 10h40

Prise d'essai: Volume: 24 mL Heure: 11h00 Paraphe: *[Signature]*

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	20/04/07	pHmet n°: 7	20,5	5,16	<i>[Signature]</i>
Densité	20/04/07	Refract n°: 2		1,025	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire: Pool 4 Densité: 1,023 Prise d'essai: 16 mL Paraphe: *[Signature]*

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	20/04/07	11h15		Rapid Trace: RT023	<i>[Signature]</i>
	20/04/07		12h50		
Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR 1	
Evaporation	20/04/07	12h50	13h55	Bain à sec (BSE): S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR 1	
Hydrolyse	20/04/07	14h05		Code du tampon: T061206-10	<i>[Signature]</i>
	20/04/07		15h10	DLU* de la βGlu: 18 0507 Etuve n°: 5	
Deuxième extraction	20/04/07	15h35		Rapid Trace: RT023	<i>[Signature]</i>
	20/04/07		17h15		
Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR 1	

*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C
		Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	20/04/07	17h15	18h45	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Acétylation	20/04/07	18h50		DLU* Anhydride acétique : 0,12008 DLU* Pyridine : 12,1 2007	<i>[Signature]</i>
	21/04/07		9h10	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	21/04/07	9h10	9h35	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Troisième extraction	21/04/07	9h40		Rapid Trace : RT02D	<i>[Signature]</i>
	21/04/07		11h20		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	21/04/07	11h20	13h50	Bain à sec (BSE) : N4	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Ajout SI	21/04/07	13h55		Code du SI (0,2mg/mL) : H67-	<i>[Signature]</i>
Mise en vial	21/04/07		14h15	004 C	
Evaporation	21/04/07	14h15		Bain à sec (BSE) : S21	
	21/04/07				
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR 1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	20	2
Volume hexane (µl)	100	400	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	21/04/07	14h25			
Injection CG/MS	21/04/07	14h30		MSD 22	
	21/04/07		17h50		
Ajout du SI si nécessaire	21/04/07	17h50		Code du SI (200ng/µL) : H67-004 C	
Evaporation	21/04/07	17h55	18h05	Bain à sec (BSE) : S21	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR 1	



Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	6	20	2
Volume final hexane (µl)	55	85	15

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	24/04/07	18h05			
Injection GC/C/IRMS	24/04/07	18h10		ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

CONFIDENTIEL

2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

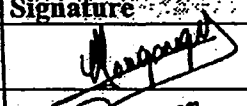
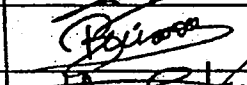
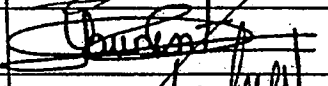
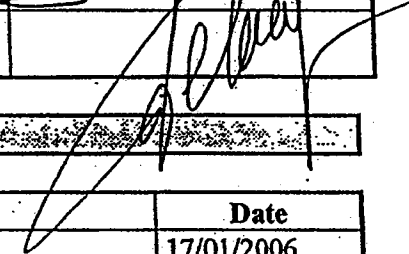
APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

25

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 2/2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	09/05/2006	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

CONFIDENTIEL

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1/2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

COLONNE

Type: DB17-MS JW Scien 122.4732
 Longueur: 30m
 Diamètre interne: 0.25mm
 Epaisseur du film: 0.25µm

INJECTION

ASSURANCE QUALITÉ
LNDD

Mode: Splitless (insert splitless)
 Température injecteur: 280°C
 Volume injecté: 1µl
 Solvants de rinçage ALS: Solvant A: Acétonitrile
 Solvant B: Hexane

CONDITIONS GC:

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

Température initiale: 70°C pendant 1 min
 Gradient de température: 70->270°C à 30°C/min
 270°C pendant 12 min
 270->300°C à 10°C/min
 300°C pendant 3 min
 Température finale: 300°C pendant 3 min
 Temps d'analyse: 25.67 min
 Temps d'équilibrage de la colonne: 0.5 min
 Pression constante: Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
 Température de la ligne de transfert: 300°C

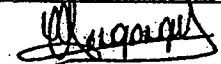
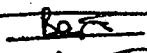

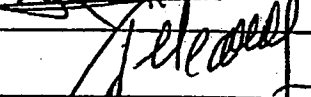
CONDITIONS SM:

Solvent delay: 9 min
 Température quad: 150°C
 Température Source: 230°C
 Fichier tune: Autotune
 Mode d'acquisition: Full scan 50-550 urna

CONFIDENTIEL

27

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 2/2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

CONFIDENTIEL

28

Sequence Name: C:\MSDCHEM\1\sequence\2007\Avril07\2104.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\2104\

Top Pre-Seq Cmd:
Instrument Control Pre-Seq Cmd:
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:
Instrument Control Post-Seq Cmd:
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch

(X) Full Method (X) Inject Anyway

() Reprocessing Only () Don't Inject

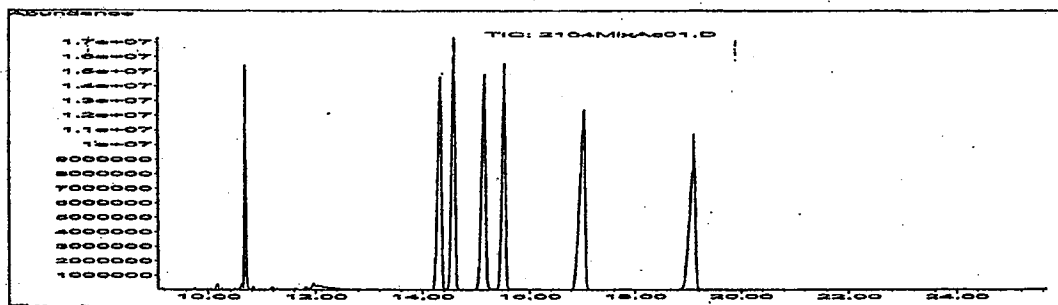
Line	Sample Name/Misc Info
1) Calibration	1
Datafile	2104MixAc01
Method	MAN_52
2) Calibration	2
Datafile	2104MixAc02
Method	MAN_52
3) Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4) Sample	4 865F3 MAN_52 A 993865 F3
5) Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6) Sample	6 865F2 MAN_52 A 993865 F2
7) Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8) Sample	8 865F1 MAN_52 A 993865 F1
9) Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10) Sample	10 424F3 MAN_52 A 825424 F3
11) Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12) Sample	12 424F2 MAN_52 A 825424 F2
13) Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14) Sample	14 424F1 MAN_52 A 825424 F1

Séquence vérifiée par 49

Remarques :

29

Data File Name 2104MixAc01.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 10:30
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 50
 Vial Number 1
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	20,775,560
Etiocholanolone AC	14.34	1.342	272	36,891,570
Androsterone AC	14.61	1.366	272	60,905,981
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.16	1.418	256	36,923,293
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.55	1.454	316	47,854,261
11 KetoEtiocholanolone AC	17.06	1.596	271	47,940,071
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.789	284	44,297,641

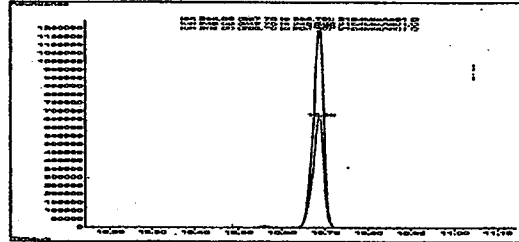
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	21,746,323	104.7
Etiocholanolone AC	257	23,730,509	64.3
Androsterone AC	257	26,596,997	43.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	33,031,768	89.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	28,816,754	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	40,592,517	84.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,436,500	57.4

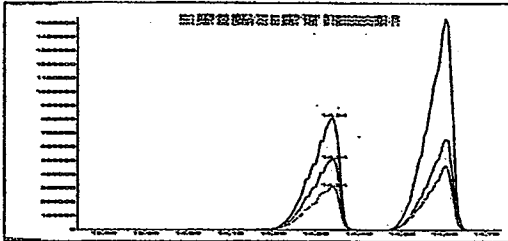
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,759,053	56.6
Etiocholanolone AC	201	14,810,430	40.1
Androsterone AC	218	19,093,800	31.3
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	28,661,094	77.6
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	24,381,998	51.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,287,952	59.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	11,798,913	26.6

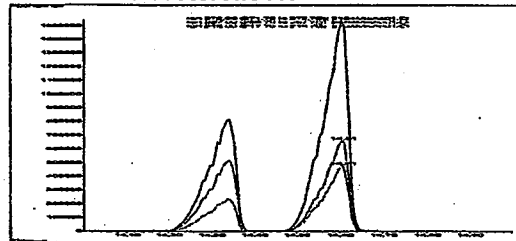
5a Androstanol AC



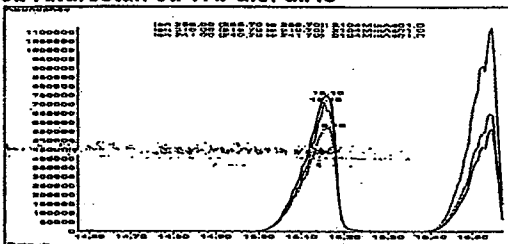
Etiocholanolone AC



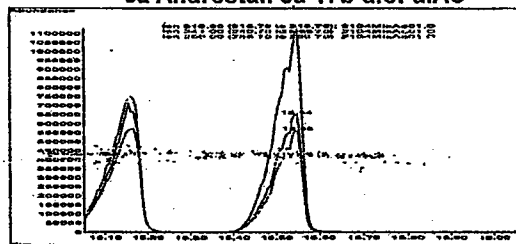
Androsterone AC



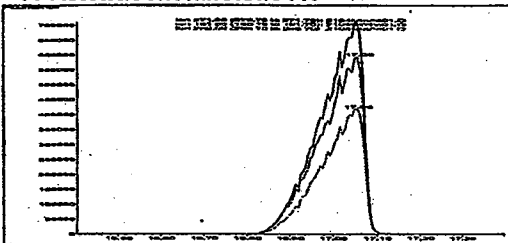
5b Androstan 3a 17b diol diAC



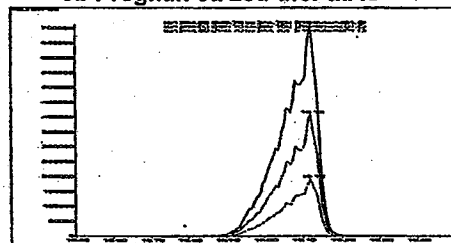
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

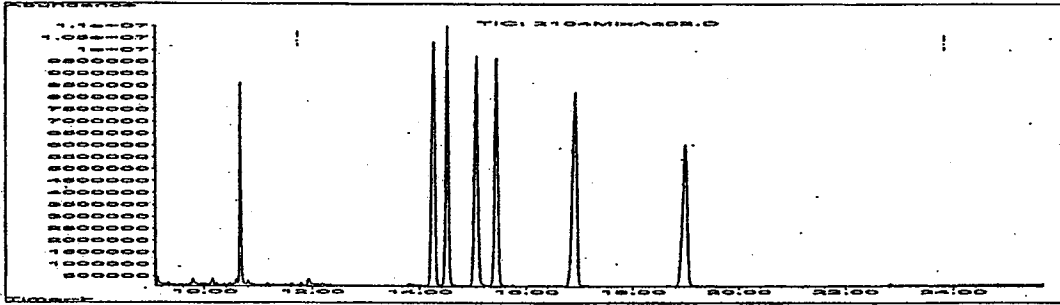


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



31

Data File Name 2104MixAc02.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril\07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 11:02
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Mix Ac 100
 Vial Number 2
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	11,366,556
Etiocholanolone AC	14.27	1.339	272	20,433,839
Androsterone AC	14.53	1.363	272	33,820,317
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.08	1.414	256	19,618,097
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.46	1.450	316	25,457,160
11 KetoEtiocholanolone AC	16.94	1.589	271	25,995,726
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.00	1.782	284	23,247,435

M2 signal

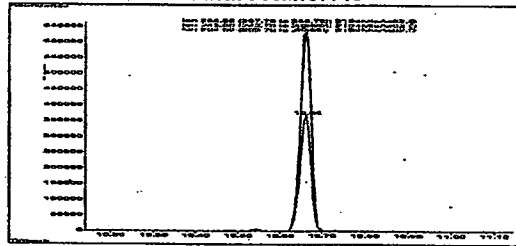
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	12,060,965	106.1
Etiocholanolone AC	257	13,338,304	65.3
Androsterone AC	257	14,852,034	43.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	17,838,122	90.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,276,340	60.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,434,324	86.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,226,071	56.9

M3 signal

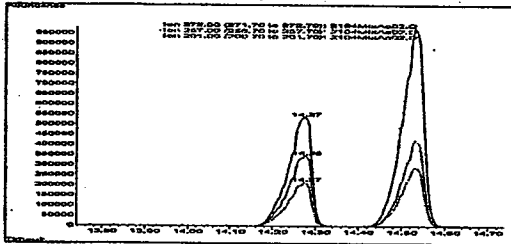
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,669,991	58.7
Etiocholanolone AC	201	8,261,771	40.4
Androsterone AC	218	10,536,094	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	15,318,813	78.1
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,796,196	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	15,438,073	59.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	6,206,929	26.7

32

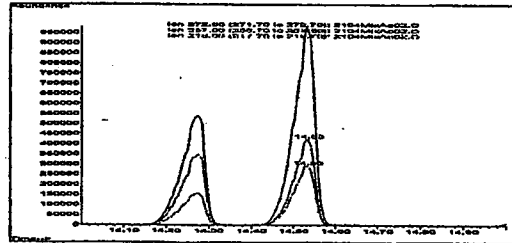
5a Androstanol AC



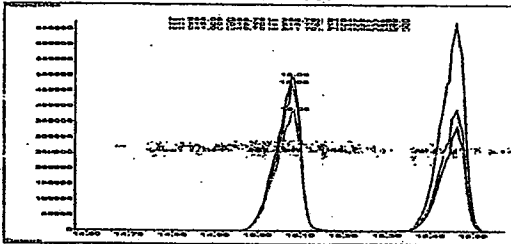
Etiocholanolone AC



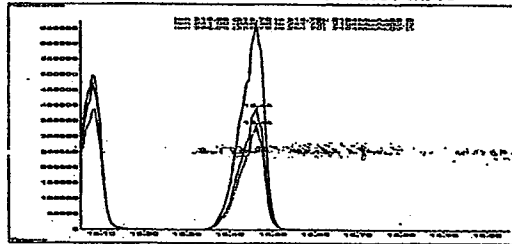
Androsterone AC



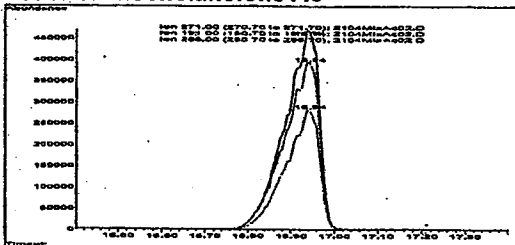
5b Androstan 3a 17b diol diAC



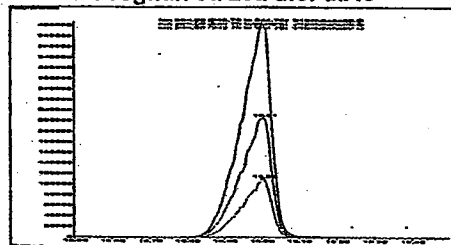
5a Androstan 3a 17b diol diAC



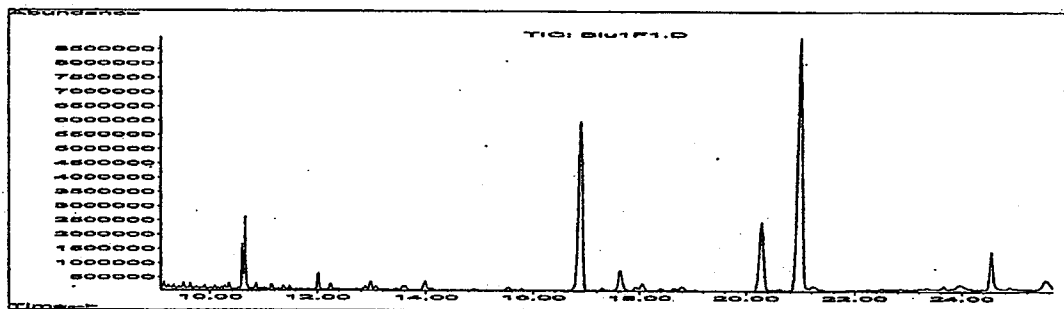
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu1F1.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 16:45
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F1
 Vial Number 7
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,041,848
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.93	1.588	271	17,188,658
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

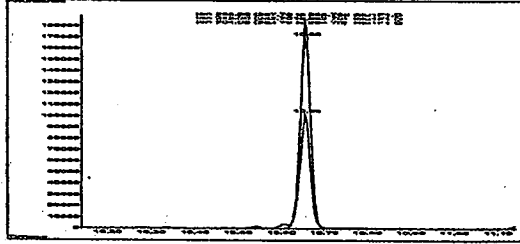
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,220,694	105.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	15,267,110	88.8
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

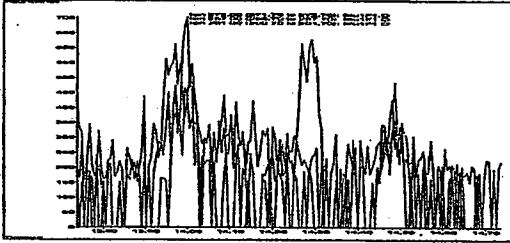
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,765,614	58.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan,3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	10,170,818	59.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

34

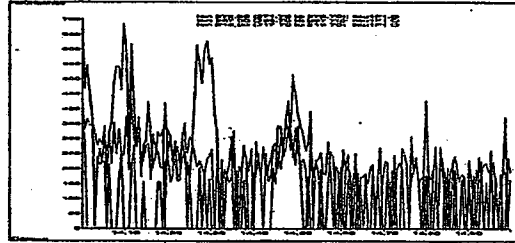
5a Androstanol AC



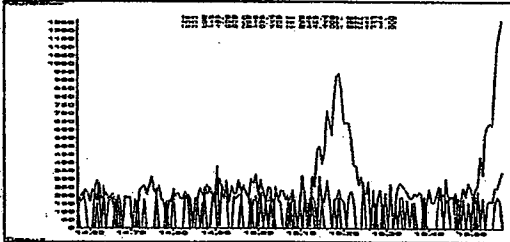
Etiocholanolone AC



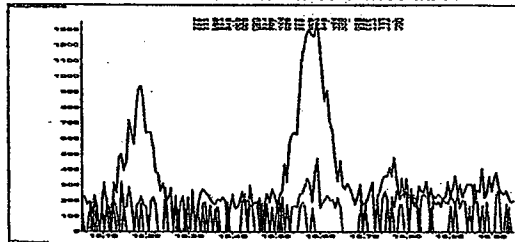
Androsterone AC



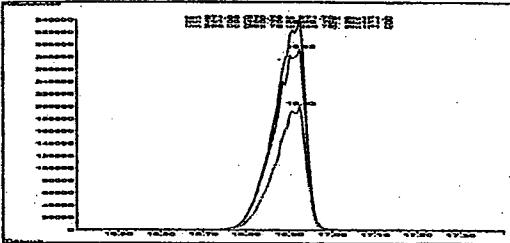
5b Androstan 3a 17b diol diAC



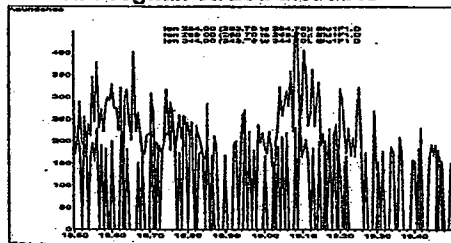
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

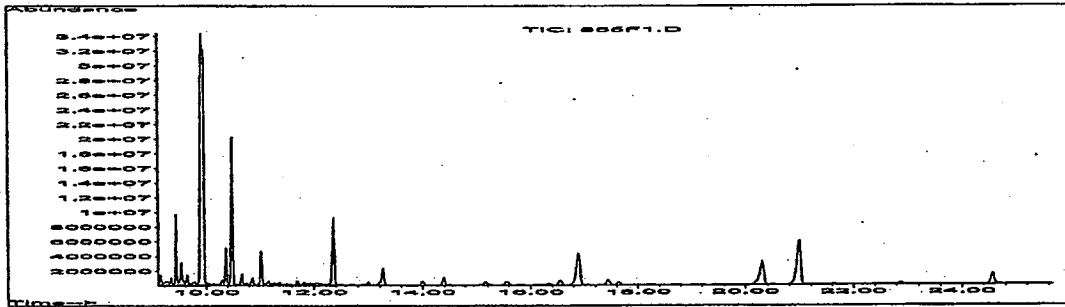


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



35

Data File Name 865F1.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 17:18
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993865 F1
 Vial Number 8
 Misc Info A 993865 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	1,370,543
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.90	1.584	271	11,485,808
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

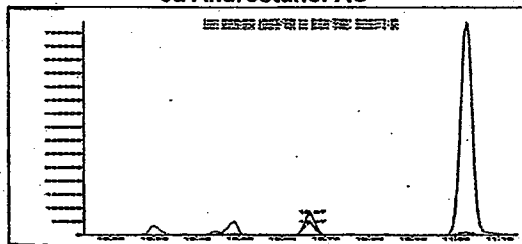
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	1,475,541	107.7
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	10,141,599	88.3
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

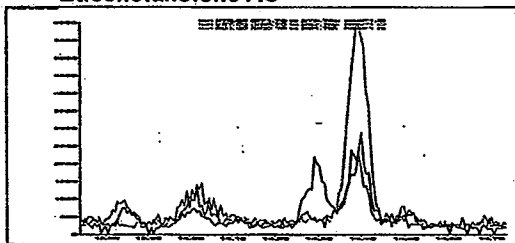
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	822,436	60.0
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	6,750,360	58.8
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

36

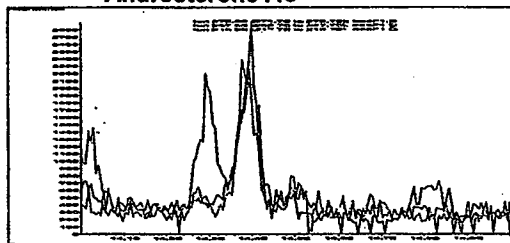
5a Androstanol AC



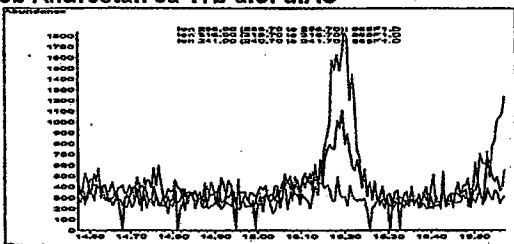
Etiocholanolone AC



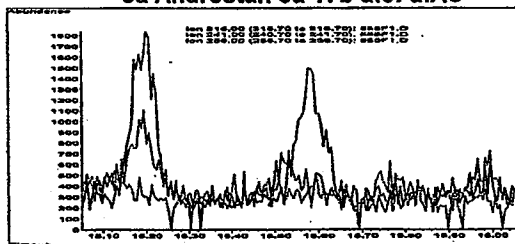
Androsterone AC



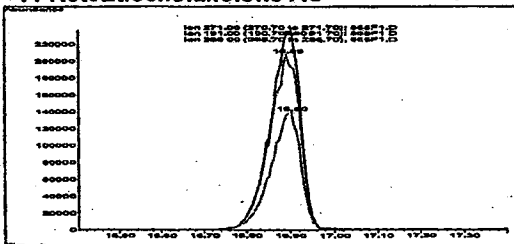
5b Androstan 3a 17b diol diAC



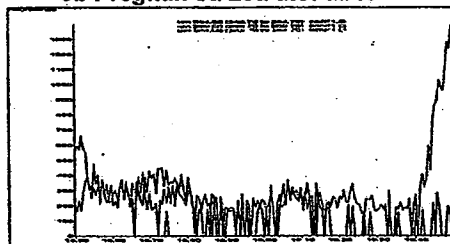
5a Androstan 3a 17b diol diAC



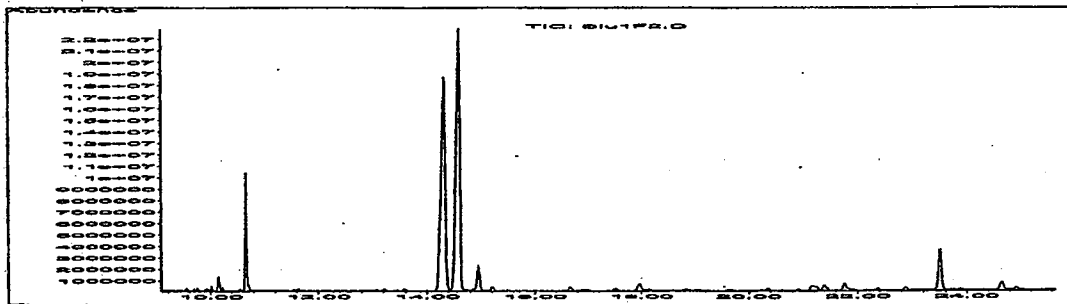
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu1F2.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril\07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 15:41
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F2
 Vial Number 5
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ref Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	14,444,880
Etiocholanolone AC	14.33	1.343	272	54,108,911
Androsterone AC	14.59	1.368	272	105,860,734
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

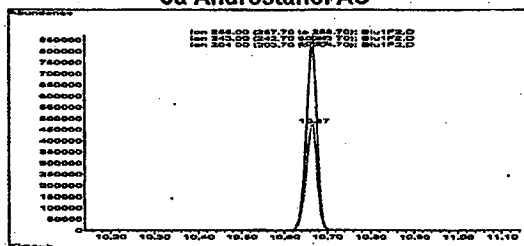
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,287,557	105.8
Etiocholanolone AC	257	33,925,111	62.7
Androsterone AC	257	45,663,611	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

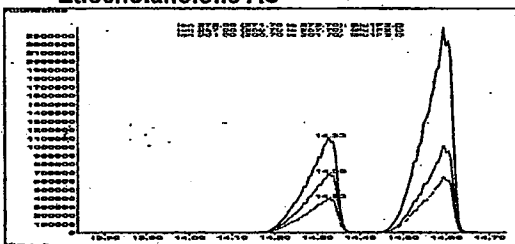
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,499,567	58.8
Etiocholanolone AC	201	20,055,177	37.1
Androsterone AC	218	31,700,765	29.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

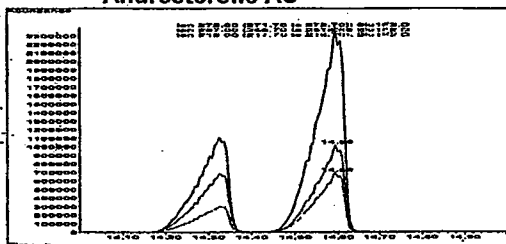
5a Androstanol AC



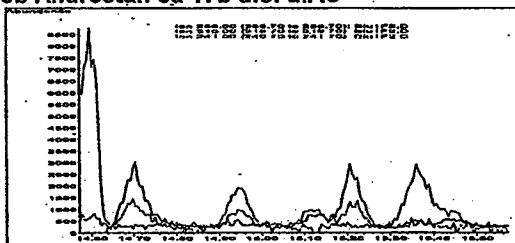
Etiocholanolone AC



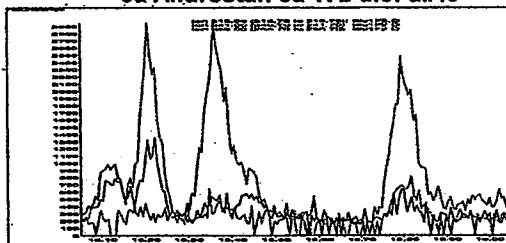
Androsterone AC



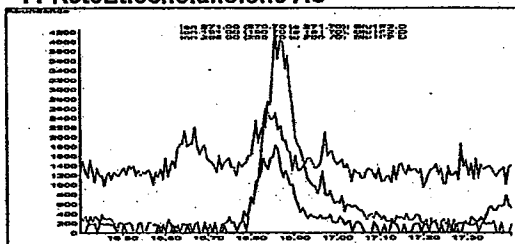
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



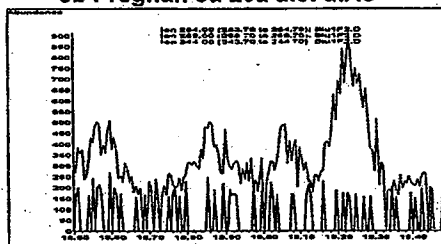
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



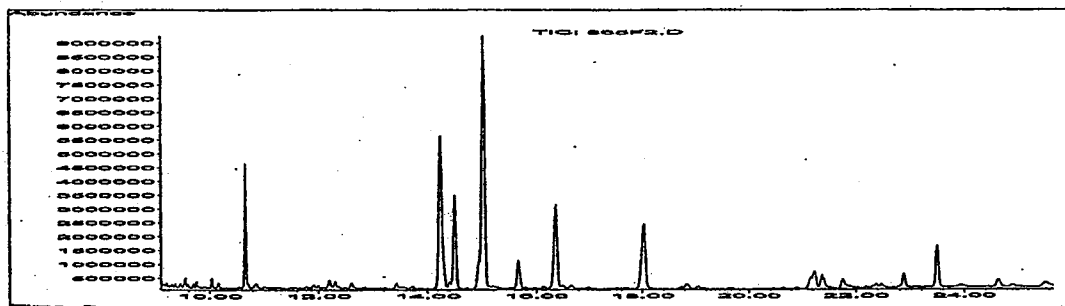
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



Data File Name 865F2.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 16:13
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993865 F2
 Vial Number 6
 Misc Info A 993865 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	5,849,714
Etiocholanolone AC	14.25	1.337	272	10,197,234
Androsterone AC	14.50	1.360	272	9,214,244
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

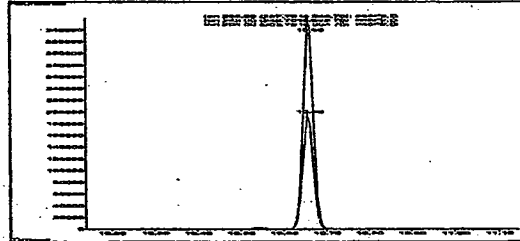
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,269,285	107.2
Etiocholanolone AC	257	6,525,038	64.0
Androsterone AC	257	4,001,475	43.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

M3 signal

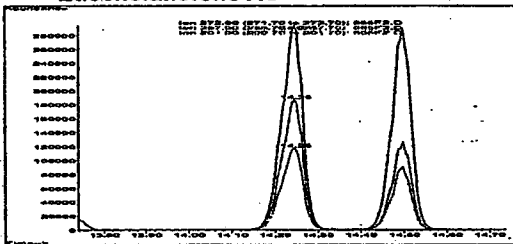
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,327,629	56.9
Etiocholanolone AC	201	4,221,329	41.4
Androsterone AC	218	2,907,345	31.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

40

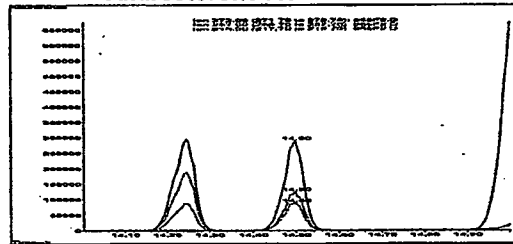
5a Androstanol AC



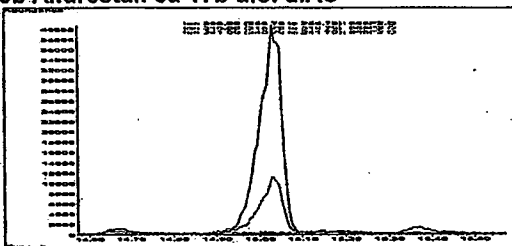
Etiocholanolone AC



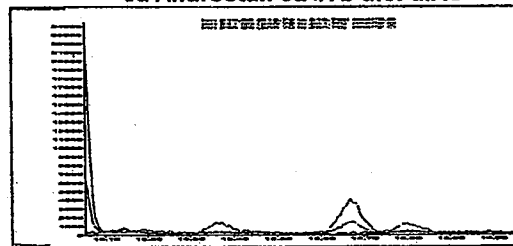
Androsterone AC



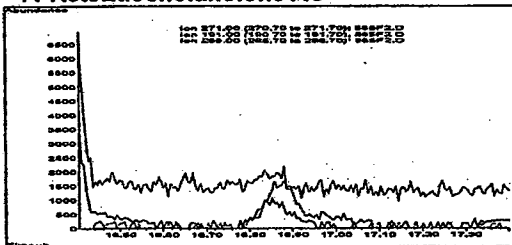
5b Androstan 3a 17b diol diAC



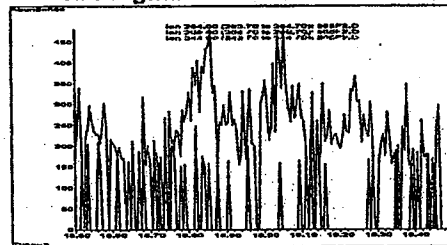
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

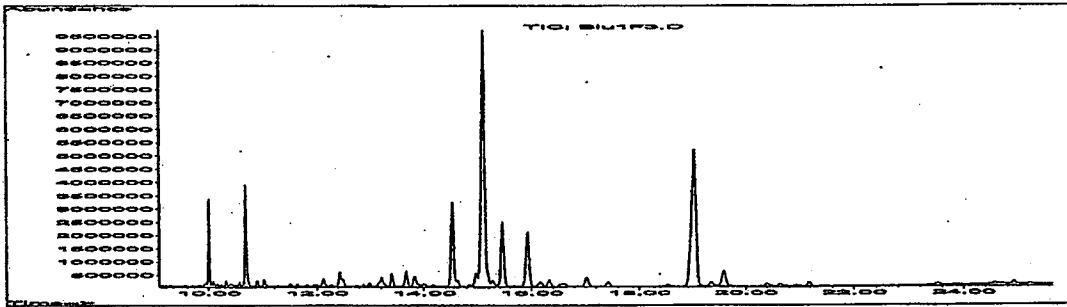


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



41

Data File Name Blu1F3.D
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 14:37
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name Blu 1 F3
 Vial Number 3
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	4,866,981
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.416	256	19,046,283
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.46	1.447	316	5,192,024
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.04	1.783	284	18,321,306

M2 signal

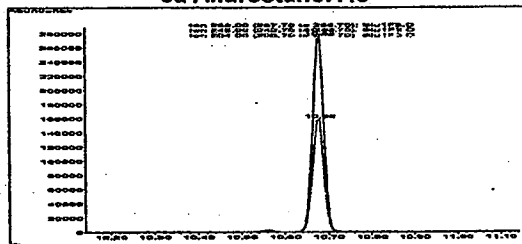
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,152,259	105.9
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,732,944	87.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,340,585	64.3
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,546,442	57.6

M3 signal

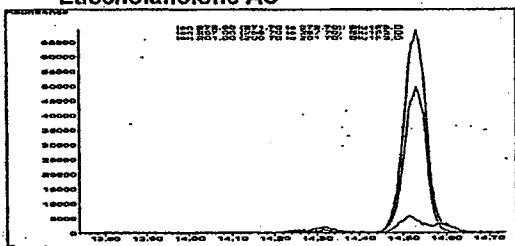
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,884,654	59.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,701,522	77.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,741,620	52.8
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,802,255	26.2

122

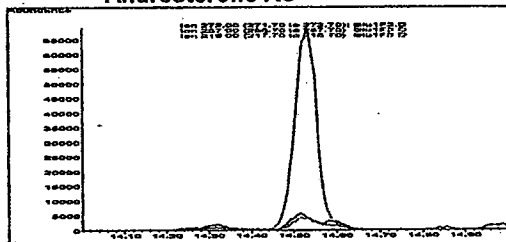
5a Androstanol AC



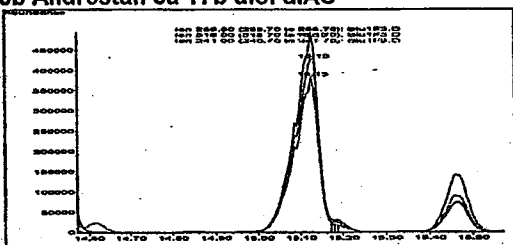
Etiocholanolone AC



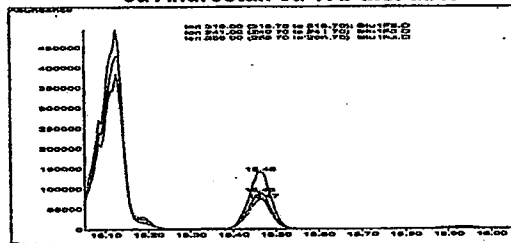
Androsterone AC



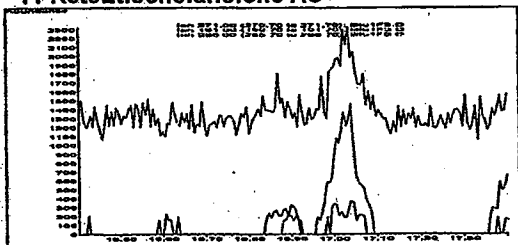
5b Androstan 3a 17b diol diAC



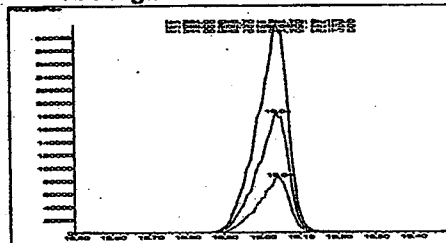
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

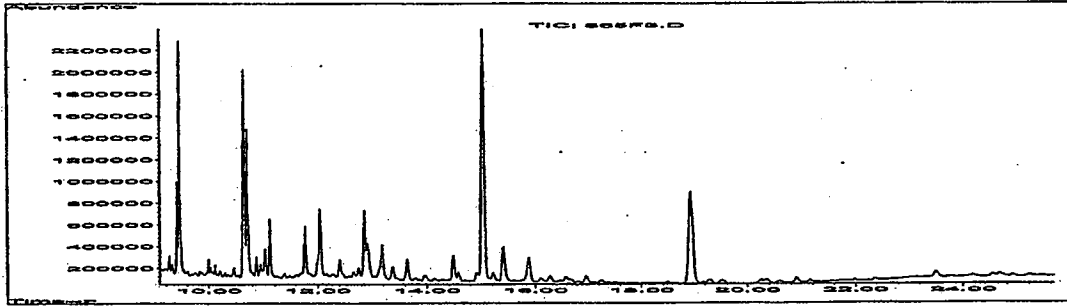


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



43

Data File Name 865F3.D
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2104\
 Operator 49
 Date Acquired 4/21/2007 15:09
 Acq. Method File MAN_52.M
 Sample Name A 993865 F3
 Vial Number 4
 Misc Info A 993865 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,083,412
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.04	1.411	256	3,874,081
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.40	1.445	316	664,663
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.93	1.776	284	2,840,375

M2 signal

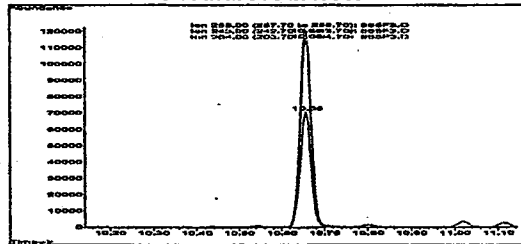
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,221,266	106.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	3,434,801	88.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	424,498	63.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	1,637,313	57.6

M3 signal

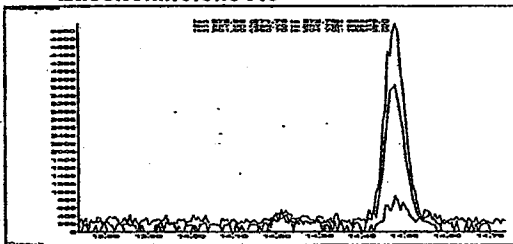
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,260,131	60.5
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,077,603	79.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	345,425	52.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	753,116	26.5

44

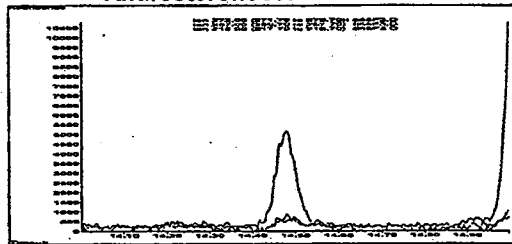
5a Androstanol AC



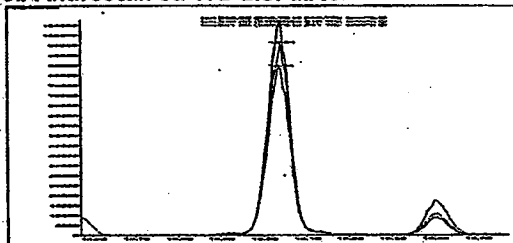
Etiocholanolone AC



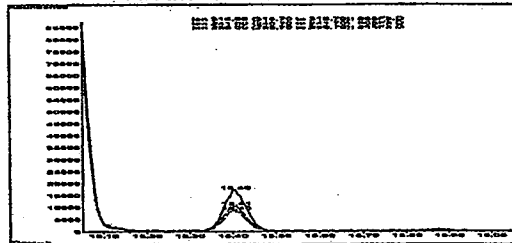
Androsterone AC



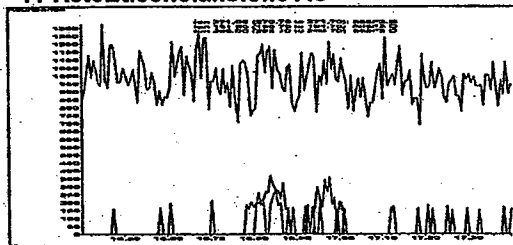
5b Androstan 3a 17b diol diAC



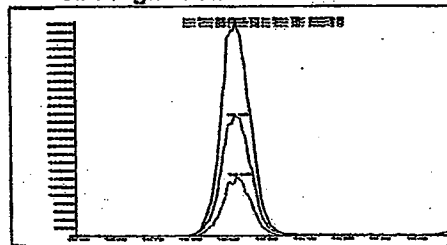
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS

Appareil : MSD 6800

Date : 21/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

		Oui	Non	Code op
MSD	Ion 69 ou 219 majoritaire	x		49
	Abondance de l'ion 502 > 3%	x		49
	18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%	x		49

Observations :

2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op.
Mix	2104 Nix Ac 01	x		49
Mix	2104 Nix Ac 02	x		49
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

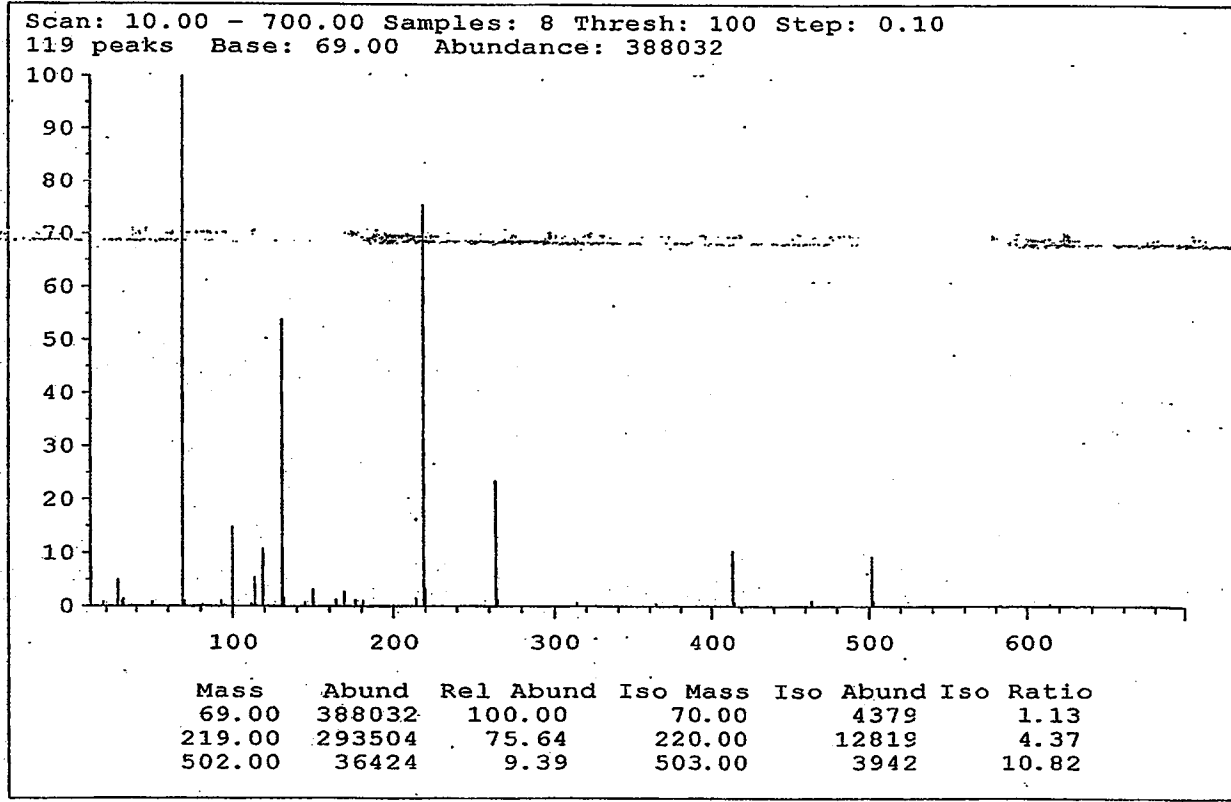
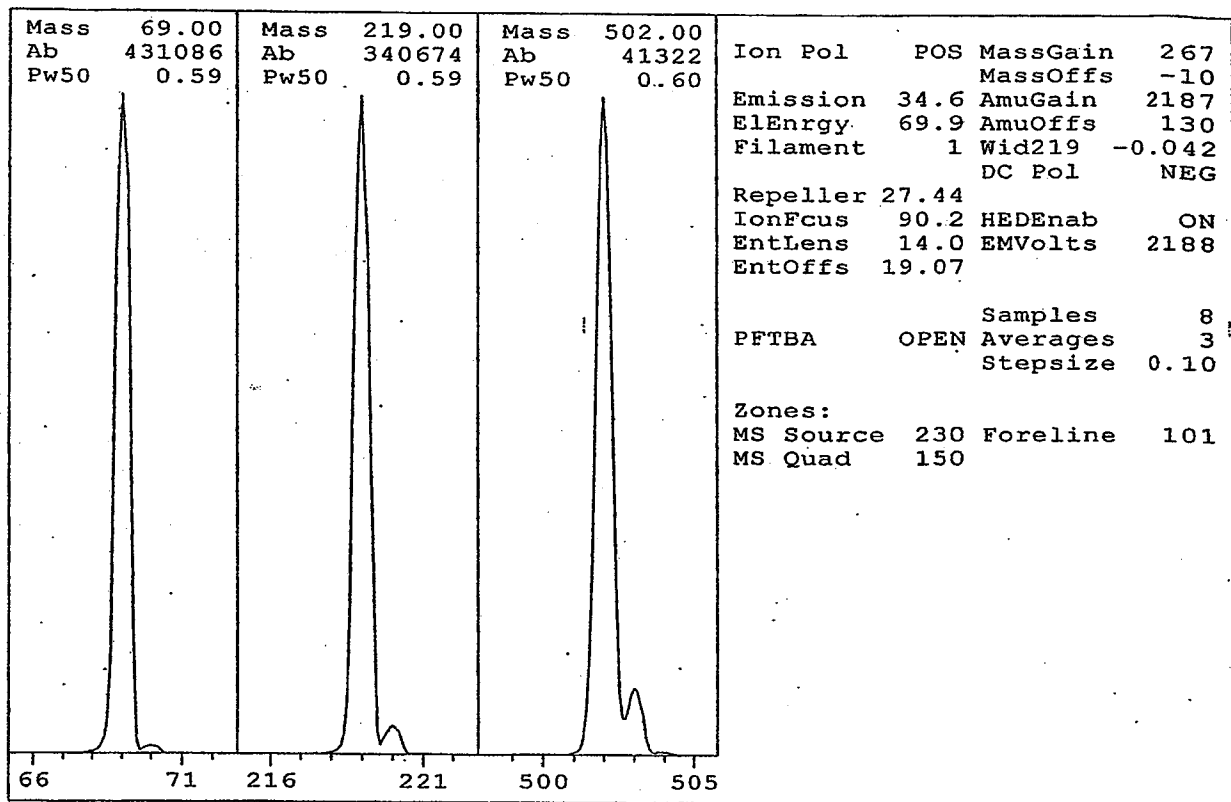
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

46

Sat Apr 21 10:04:05 2007
 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



47

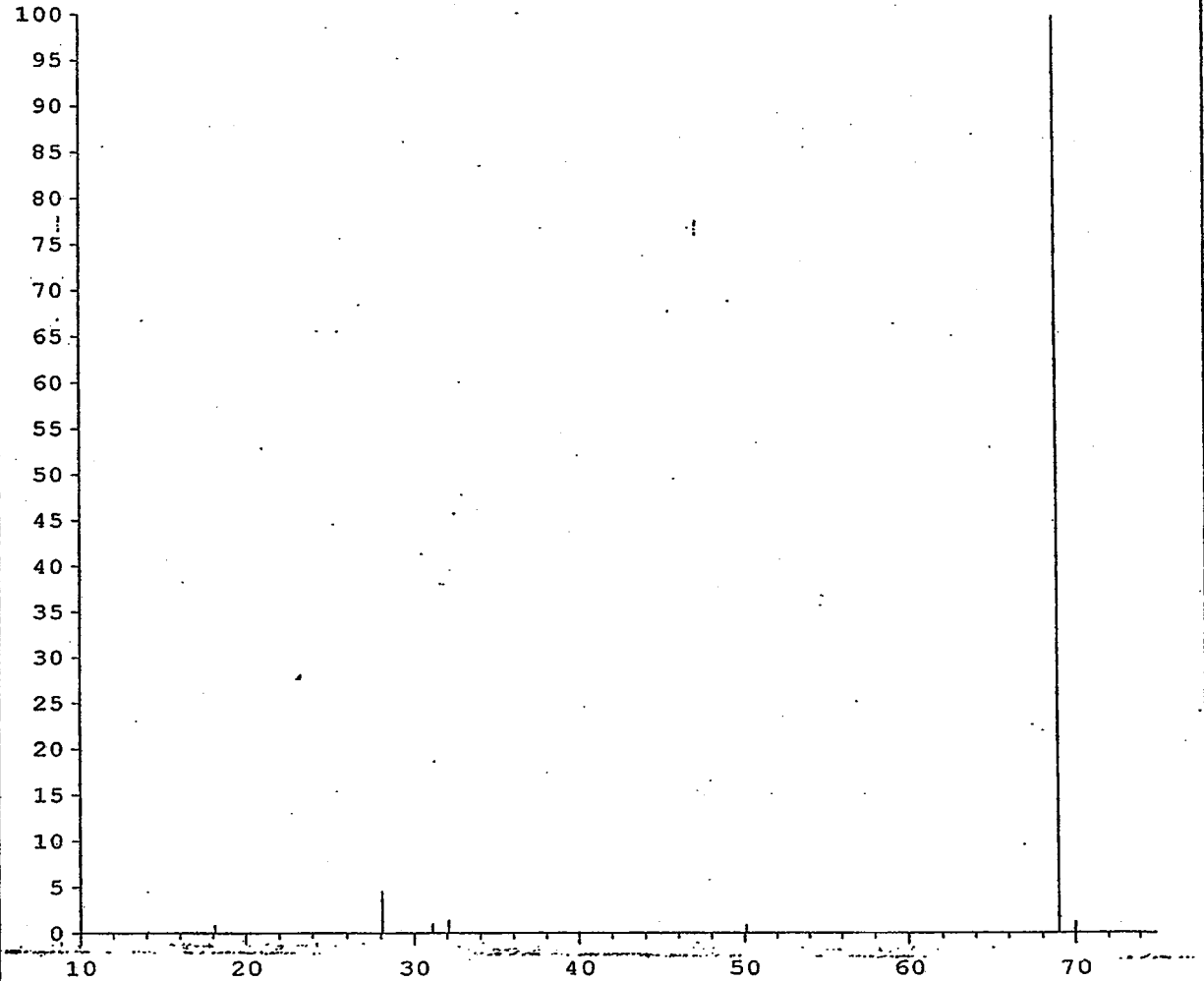
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Sat Apr 21 10:14:59 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10
 68 peaks Base: 69.00 Abundance: 423680



Mass	Abund	Rel Abund	Iso	Mass	Iso	Abund	Iso	Ratio
69.00	423680	100.00		70.00		5078		1.20
18.10	3603	0.85		19.10		57		1.58
28.10	19272	4.55		29.10		197		1.02

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.85	Water%
28/69 = 4.55	Nitrogen%
32/69 = 1.41	Oxygen%
44/69 = 0.09	Carbon Dioxide%
28/18 = 534.89	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA (document : WADA Technical Document - TD2003IDCR)

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Tolérances sur le tr et le trr : +/- 1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation: Surface: Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,66	10,67	10,66	10,66
Fichier	2104MixAc02	865F1	865F2	865F3

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,94	1,589	100	86,3	59,4	16,90	1,584	100	88,3	58,8
Tolérance basse	16,77	1,573		76,3	49,4					
Tolérance haute	17,11	1,605		96,3	69,4					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,27	1,339	100	65,3	40,4	14,25	1,337	100	64,0	41,4
Tolérance basse	14,13	1,326		55,3	32,3					
Tolérance haute	14,41	1,352		75,3	48,5					

Concordance des Tr : oui non
 Concordance des Trr : oui non
 Concordance globale des abondances relatives : oui non

69

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée : **Androstérone AC**

Fichier : **865F2**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,53	1,363	100	43,9	31,2	14,50	1,360	100	43,4	31,6
Tolérance basse	14,38	1,349		35,1	25,0					
Tolérance haute	14,68	1,377		52,7	37,4					

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : **5b Androstane-3a,17b-diol diAC**

Fichier : **865F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,08	1,414	100	90,9	78,1	15,04	1,411	100	88,7	79,4
Tolérance basse	14,93	1,400		80,9	68,1					
Tolérance haute	15,23	1,428		100,9	88,1					

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : **5a Androstane-3a,17b-diol diAC**

Fichier : **865F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,46	1,450	100	60,0	50,3	15,40	1,445	100	63,9	52,0
Tolérance basse	15,31	1,436		50,0	40,3					
Tolérance haute	15,61	1,465		70,0	60,3					

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée : **5b Prégnane-3a,20a-diol diAC**

Fichier : **865F3**

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,00	1,782	100	56,9	26,7	18,93	1,776	100	57,6	26,5
Tolérance basse	18,81	1,764		46,9	21,4					
Tolérance haute	19,19	1,800		66,9	32,0					

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

50

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-09 Version : B Date : 20/09/2006 3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS		

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr : oui non

Concordance des Trr : oui non

Concordance globale des abondances relatives : oui non

Paraphe et code opérateur :

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes : oui non

Paraphe et code opérateur : Date:

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

28 OCT. 2005

CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	Ajuster le SI à environ 870s
Pression constante:	

INTERFACE

Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

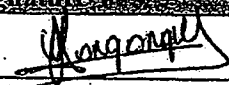
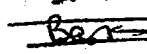
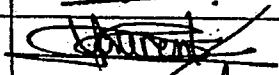
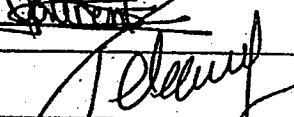
CONFIDENTIEL

CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

52

LNDD	MODE OPÉRATEUR	Codification : M-AN -41
		Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

CONFIDENTIEL

a f l d Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s) : **n-AN-41 (Vers. B)**

Durée d'application de la modification:

- TEMPORAIRE, date de début d'application : date de fin d'application:
- DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))
- date de début d'application: **15.10.07**

Modification apportée :

CONFIDENTIEL

- Pour analyser la Testostérone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (n-AN41B pour l'instrument) :

100	RG open	2430	RG close
130	RG close	2460	RG open
160	RG open	2490	RG close
190	RG close	2510	RG open
220	RG open		
250	RG close		
750	HS close		
1150	HS open		
1300	HS close		
2000	HS open		

ASSURANCE QUALITÉ
 a f l d
 Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:



Identification par un NUMERO. 95
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Masslynx - Sample List

Sample List: C:\Masslynx Projects\contrôle2007.PRO\SampleDB\2104.spl
 Printed: Sat Apr 21 19:33:02 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 2104stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
2 2104stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
3 2104stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	---
4 2104MixCallIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
5 2104MixCallIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
6 2104MixCallIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	---
7 2104MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	---
8 2104Blu1F3	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3/40uL	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	---
9 2104427F3	A 825427 Fraction 3/35uL	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	---
10 2104Blu1F2	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2/750uL	M-AN41	M-AN41	4	20.000	IsoPrimeDP	---
11 2104427F2	A 825427 Fraction 2/600uL	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	---
12 2104Blu1F1	Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1/60uL	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	---
13 2104427F1	A 825427 Fraction 1/60uL	M-AN41	M-AN41	7	20.000	IsoPrimeDP	---
14 2104Blu2F3	Blanc urinaire 2 pool 4 F3/35uL	M-AN41	M-AN41	8	20.000	IsoPrimeDP	---
15 2104865F3	A 993865 F3/15uL	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	---
16 2104Blu2F2	Blanc urinaire 2 pool 4 F2/750uL	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	---
17 2104865F2	A 993865 F2/85uL	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	---
18 2104Blu2F1	Blanc urinaire 2 pool 4 F1/80uL	M-AN41	M-AN41	12	20.000	IsoPrimeDP	---
19 2104865F1	A 993865 F1/55uL	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	---
20 2104MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	---
				2	10.000	IsoPrimeDP	---

Séquence vérifiée par : *AB/49*

Remarques :

55

44: 210481u2F1



56

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104Blu2F1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 21:06
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 20
Line: 18	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 pool 4 F1/80ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta		Molecular delta				
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.16	127.8	1.1679E-02	3.8100E-03
2	5.17	187.7	1.1679E-02	3.8093E-03
3	5.16	247.7	1.1680E-02	3.8087E-03
8	4.98	2427.7	1.1681E-02	3.8089E-03
9	5.02	2487.6	1.1680E-02	3.8094E-03
10	5.11	2547.6	1.1680E-02	3.8101E-03

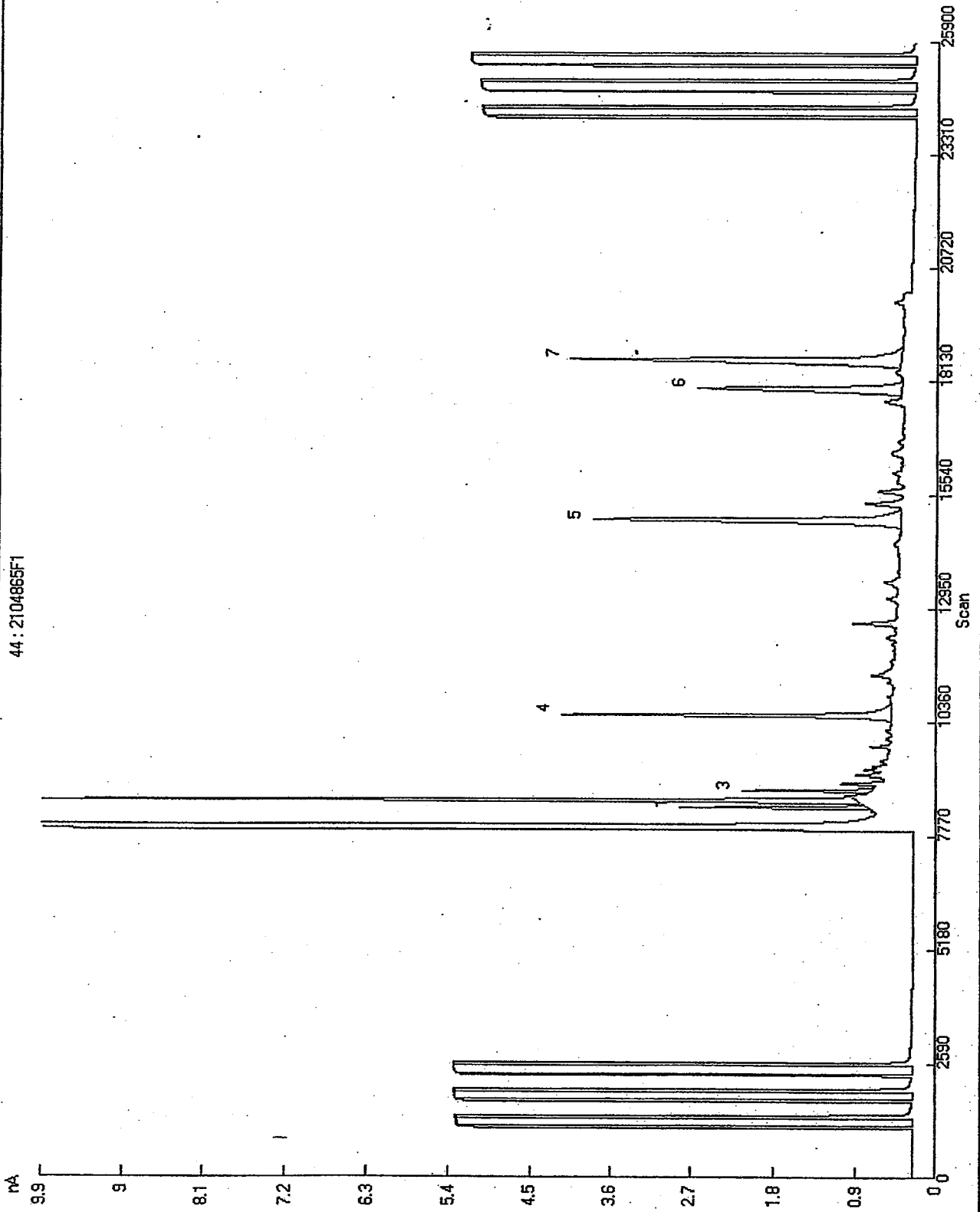
Mean: 1.1680E-02 3.8094E-03
 Std Dev of fit (%): 0.04 0.16

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.8	1.65	7.2734E-09	1.1728E-02	4.25	-30.97	3.7004E-03	-28.62	-48.08	-18.71
2	187.7	3.12	3.2154E-08	1.1802E-02	10.46	-24.58	3.7012E-03	-28.42	-47.90	-18.52
3	247.5	1.27	1.3836E-08	1.1790E-02	9.38	-25.67	3.6995E-03	-28.85	-48.32	-18.95
4	1863.4	3.83	4.8279E-08	1.1800E-02	10.23	-24.81	3.7008E-03	-28.53	-48.01	-18.63

57

44 : 2104865F1



5

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104865F1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 21:51
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 20
Line: 19	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993865 F1/55ul	

Reference standard Species: CO2 by CF (uncalibrated) Gas: CO2 Uncalibrated CO2 Ratio type: Elemental Deconvolution: Craig Elemental delta Label: Value: Molecular delta Label: Value: wrt: Ratio 1: 13C -36.3 delta 45 -34.63 PDB Ratio 2: 18O -20 delta 46 -20.06 PDB	Corrections Equilibrium correction: None
---	--

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.05	127.7	1.1679E-02	3.8104E-03
2	5.08	187.6	1.1679E-02	3.8085E-03
3	5.08	247.6	1.1680E-02	3.8087E-03
11	4.81	2427.6	1.1680E-02	3.8100E-03
12	4.84	2487.5	1.1680E-02	3.8104E-03
13	4.94	2547.5	1.1679E-02	3.8107E-03

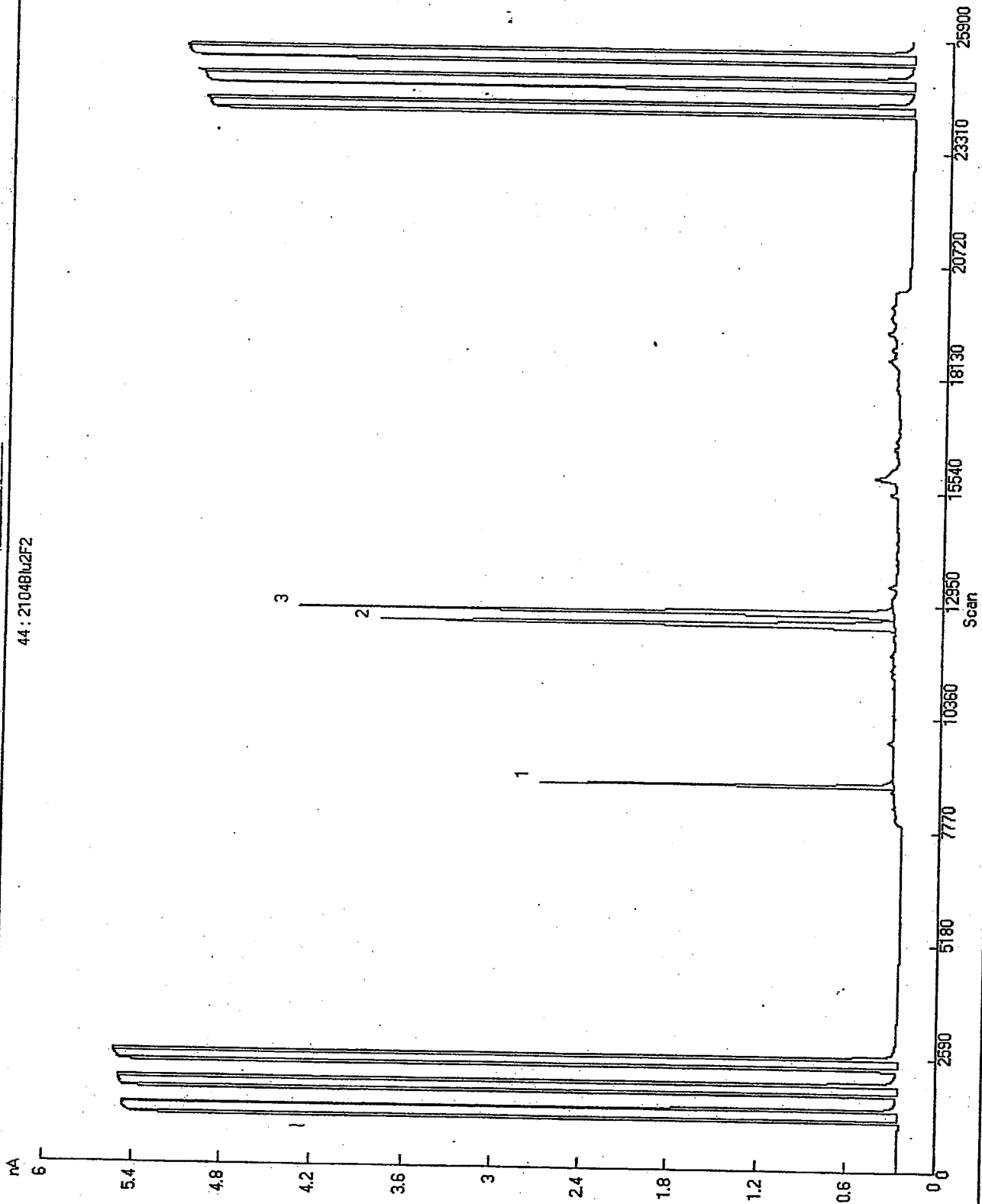
Mean: 1.1680E-02 3.8100E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.17

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	843.0	2.07	9.6635E-09	1.1656E-02	-2.03	-37.42	3.6979E-03	-29.37	-48.81	-19.46
2	859.4	9.07	5.1900E-08	1.1701E-02	1.87	-33.40	3.6981E-03	-29.32	-48.77	-19.41
3	883.8	1.40	6.3198E-09	1.1735E-02	4.77	-30.42	3.6989E-03	-29.10	-48.56	-19.19
4	1053.9	3.65	2.6708E-08	1.1675E-02	-0.42	-35.76	3.6981E-03	-29.32	-48.76	-19.41
5	1199.4	3.41	3.7218E-08	1.1810E-02	11.13	-23.87	3.6996E-03	-28.93	-48.40	-19.04
6	1798.4	2.25	2.6076E-08	1.1794E-02	9.82	-25.22	3.6990E-03	-29.15	-48.62	-19.26
7	1864.6	3.66	4.3734E-08	1.1808E-02	11.01	-23.99	3.6989E-03	-29.21	-48.68	-19.32

59

44:210481u2F2



60

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104Blu2F2.raw	Acquisition Date: 21/4/07 19:37
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 20
Line: 16	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 pool 4 F2/750ul	

Reference standard				Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)				Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.20	127.9	1.1681E-02	3.8114E-03
2	5.22	187.8	1.1681E-02	3.8107E-03
3	5.25	247.8	1.1681E-02	3.8100E-03
7	4.73	2427.5	1.1680E-02	3.8111E-03
8	4.76	2487.4	1.1680E-02	3.8112E-03
9	4.88	2547.4	1.1680E-02	3.8110E-03

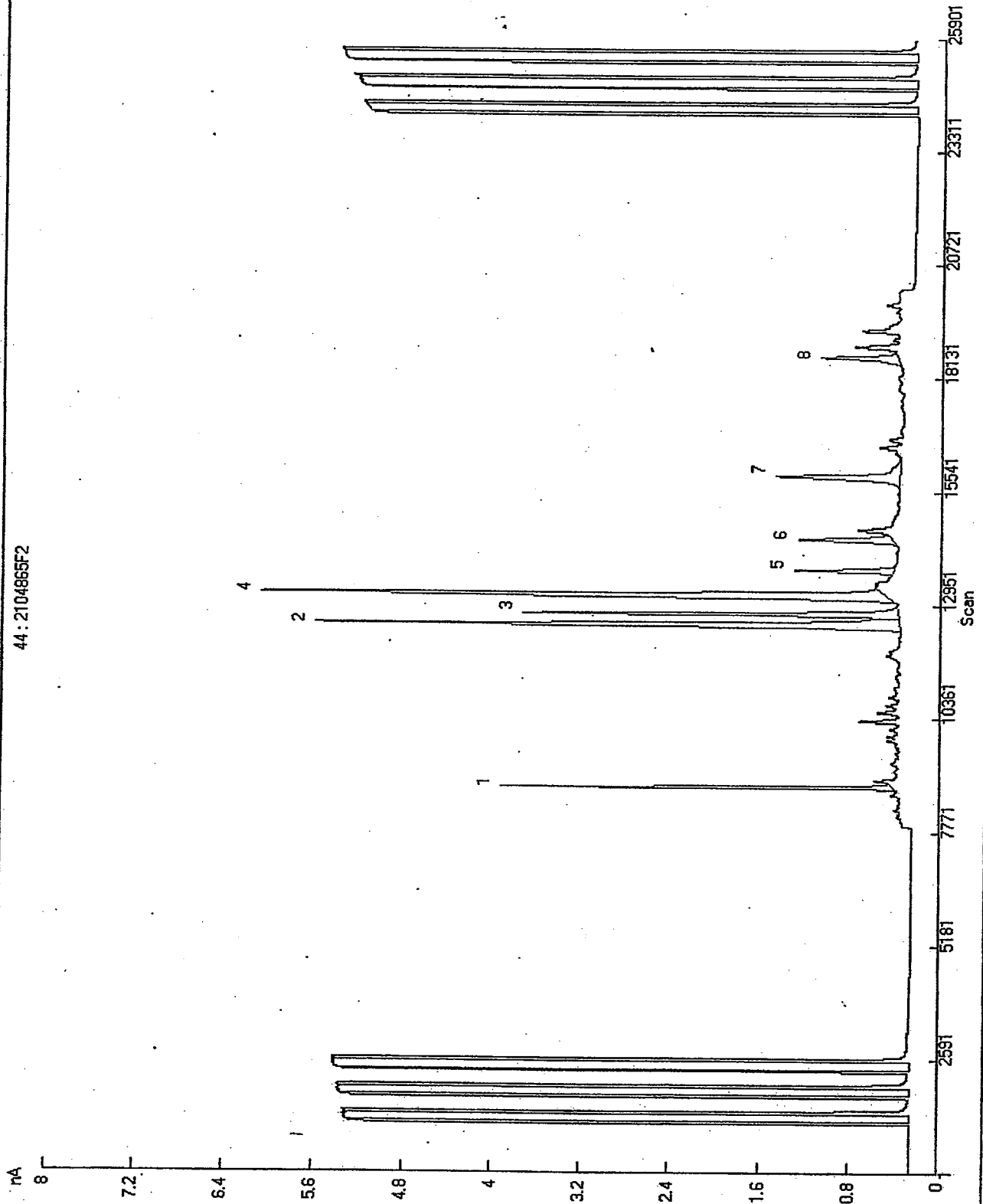
Mean: 1.1681E-02 3.8109E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.13

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.9	2.37	1.1660E-08	1.1736E-02	4.74	3.6991E-03	3.6991E-03	-29.33	-48.78	-19.43
2	187.8	3.46	2.8579E-08	1.1792E-02	9.53	3.7016E-03	3.7016E-03	-28.71	-48.19	-18.81
3	247.8	3.99	3.1167E-08	1.1801E-02	10.26	3.7017E-03	3.7017E-03	-28.66	-48.13	-18.76

61

44: 2104865F2



62

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104865F2.raw	Acquisition Date: 21/4/07 20:21
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spf	Injection Volume: 20
Line: 17	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 893865 F2/85ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.08	PDB	

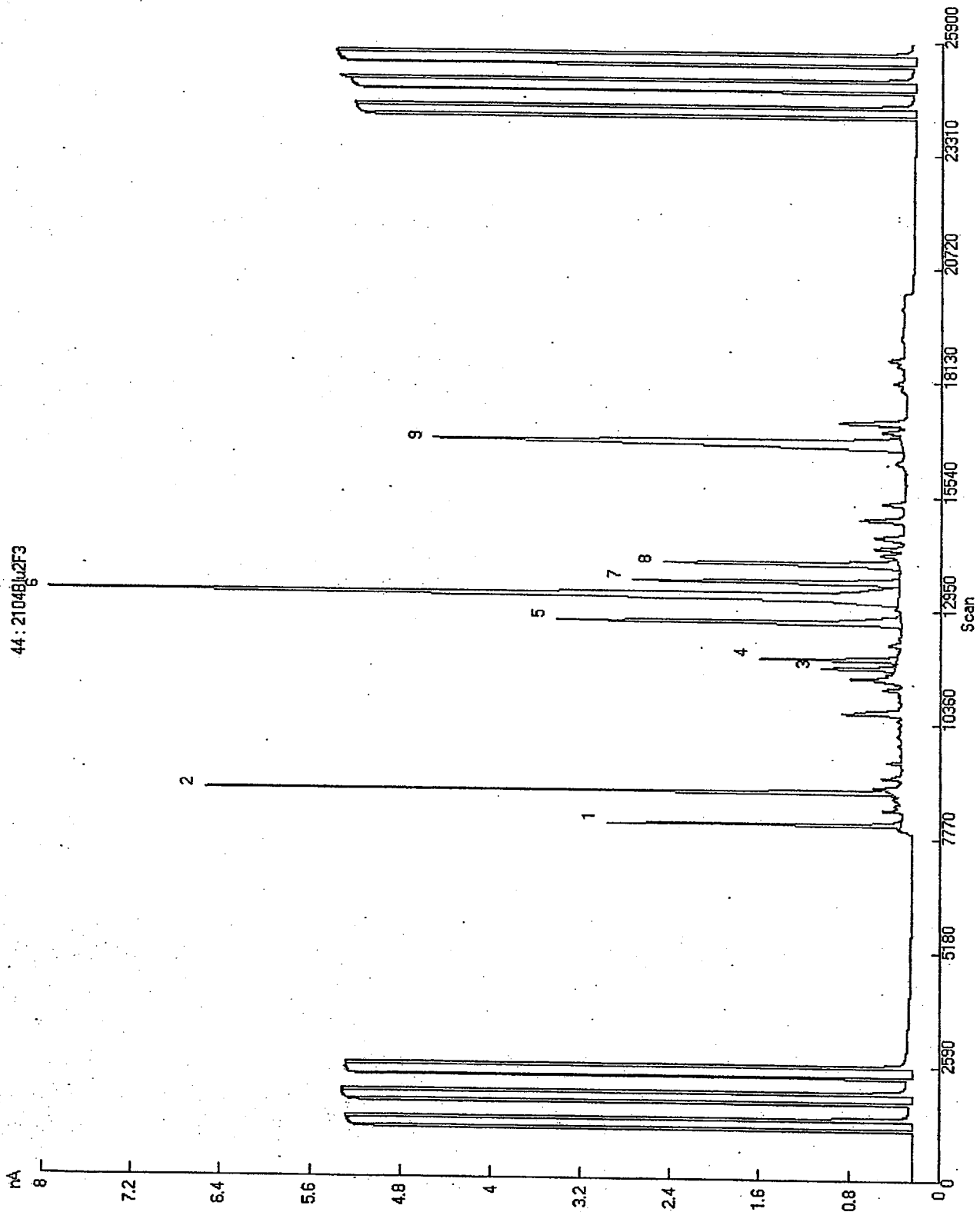
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.04	127.7	1.1679E-02	3.8101E-03
2	5.10	187.6	1.1680E-02	3.8090E-03
3	5.14	247.6	1.1680E-02	3.8082E-03
12	4.91	2427.7	1.1681E-02	3.8103E-03
13	4.98	2487.6	1.1681E-02	3.8102E-03
14	5.12	2547.6	1.1680E-02	3.8103E-03

Mean: 1.1680E-02 3.8097E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.18

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.7	3.50	1.6348E-08	1.1733E-02	4.53	-30.69	3.7014E-03	-28.37	-47.84	-18.45
2	187.6	5.19	4.8914E-08	1.1800E-02	10.30	-24.33	3.7003E-03	-28.71	-48.18	-18.81
3	247.6	3.28	2.5054E-08	1.1813E-02	11.33	-23.67	3.7002E-03	-28.75	-48.22	-18.85
4	1321.9	5.52	5.6964E-08	1.1701E-02	1.82	-33.46	3.6993E-03	-28.98	-48.43	-19.07
5	1376.3	0.88	6.6415E-09	1.1700E-02	1.69	-33.59	3.6991E-03	-29.05	-48.50	-19.13
6	1447.0	0.83	7.6554E-09	1.1738E-02	4.97	-30.20	3.6969E-03	-29.62	-49.06	-19.72
7	1590.7	1.10	1.4469E-08	1.1757E-02	6.61	-28.49	3.6951E-03	-30.11	-49.55	-20.22
8	1861.7	0.68	6.8553E-09	1.1751E-02	6.08	-29.06	3.6971E-03	-29.63	-49.08	-19.73

63



64

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104Blu2F3.raw	Acquisition Date: 21/4/07 18:07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 30
Line: 14	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 pool 4 F3/35ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.01	127.6	1.1683E-02	3.8069E-03
2	5.06	187.5	1.1683E-02	3.8065E-03
3	5.04	247.5	1.1683E-02	3.8066E-03
13	4.99	2427.7	1.1682E-02	3.8112E-03
14	5.04	2487.6	1.1681E-02	3.8118E-03
15	5.17	2547.6	1.1681E-02	3.8118E-03

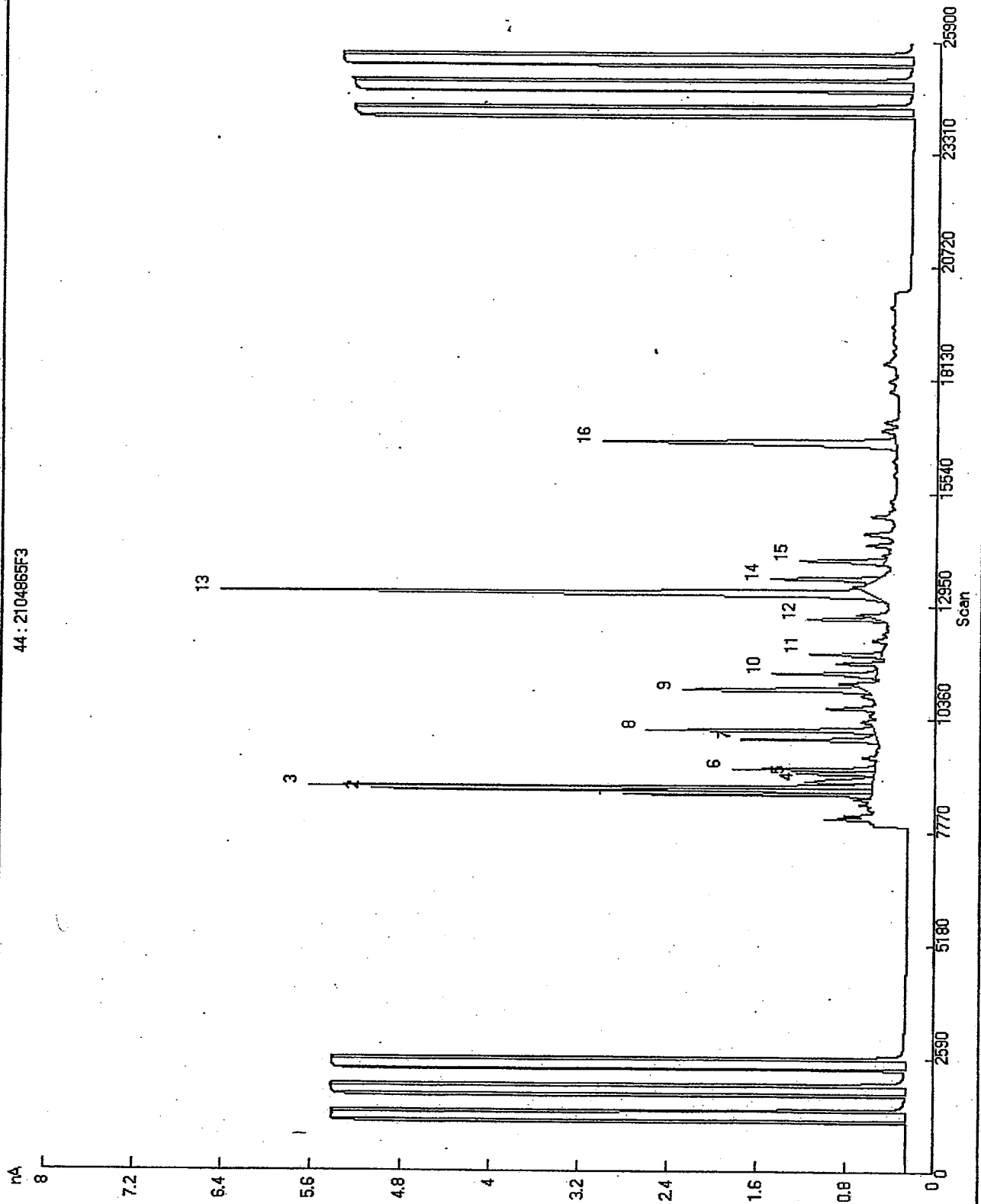
Mean: 1.1682E-02 3.8091E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.08

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	808.2	2.61	1.1547E-08	1.1790E-02	9.23	-25.88	3.7035E-03	-27.44	-46.94	-17.53
2	882.2	6.09	2.8882E-08	1.1734E-02	4.41	-30.83	3.7025E-03	-27.75	-47.24	-17.83
3	1184.5	0.65	4.1094E-09	1.1806E-02	10.58	-24.45	3.6999E-03	-28.58	-48.06	-18.68
4	1184.7	1.21	7.5512E-09	1.1731E-02	4.17	-31.06	3.7008E-03	-28.36	-47.83	-18.45
5	1269.6	3.07	2.3810E-08	1.1764E-02	7.03	-28.11	3.7009E-03	-28.37	-47.85	-18.47
6	1339.3	7.58	8.6117E-08	1.1771E-02	7.58	-27.55	3.7011E-03	-28.35	-47.82	-18.44
7	1361.8	2.38	1.7421E-08	1.1764E-02	6.98	-28.76	3.7006E-03	-28.52	-47.99	-18.61
8	1403.5	2.09	1.7071E-08	1.1773E-02	7.78	-27.33	3.7001E-03	-28.67	-48.14	-18.77
9	1679.6	4.17	5.3210E-08	1.1779E-02	8.29	-26.82	3.7017E-03	-28.38	-47.86	-18.48

65

44: 2104865F3



64

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104865F3.raw	Acquisition Date: 21/4/07 18:52
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 30
Line: 15	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993865 F3/15ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.15	127.8	1.1680E-02	3.8115E-03
2	5.15	187.7	1.1680E-02	3.8110E-03
3	5.15	247.7	1.1681E-02	3.8101E-03
20	5.01	2427.8	1.1682E-02	3.8111E-03
21	5.02	2487.7	1.1682E-02	3.8116E-03
22	5.12	2547.7	1.1681E-02	3.8121E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8112E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.16

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	864.1	2.22	1.0108E-08	1.1669E-02	-0.97	-36.35	3.7023E-03	-28.55	-48.01	-18.63
2	873.3	4.49	2.1738E-08	1.1661E-02	-1.67	-37.07	3.7018E-03	-28.68	-48.13	-18.75
3	884.8	5.04	2.4707E-08	1.1730E-02	4.19	-34.03	3.7021E-03	-28.60	-48.06	-18.68
4	893.3	0.61	5.7048E-09	1.1719E-02	3.24	-32.02	3.7024E-03	-28.52	-47.99	-18.61
5	912.6	0.70	3.7690E-09	1.1703E-02	1.87	-33.42	3.7020E-03	-28.63	-48.09	-18.72
6	922.5	1.28	6.8282E-09	1.1713E-02	2.74	-32.52	3.7003E-03	-29.08	-48.53	-19.17
7	990.6	1.21	7.2619E-09	1.1666E-02	-1.23	-36.59	3.6998E-03	-29.22	-48.66	-19.30
8	1011.6	2.03	1.2319E-08	1.1651E-02	-2.58	-37.99	3.6999E-03	-29.17	-48.61	-19.25
9	1104.2	1.64	1.2405E-08	1.1697E-02	1.34	-33.94	3.6989E-03	-29.44	-48.89	-19.53
10	1141.0	0.93	6.2774E-09	1.1774E-02	7.97	-27.11	3.6990E-03	-29.44	-48.89	-19.54
11	1185.6	0.64	4.4508E-09	1.1770E-02	7.67	-27.41	3.6980E-03	-29.69	-49.14	-19.80
12	1266.2	0.62	3.6221E-09	1.1758E-02	6.61	-28.50	3.6981E-03	-29.68	-49.13	-19.78
13	1328.4	5.77	5.4162E-08	1.1773E-02	7.88	-27.23	3.7006E-03	-29.03	-48.50	-19.13
14	1358.5	0.91	6.5649E-09	1.1761E-02	6.84	-28.28	3.7002E-03	-29.14	-48.60	-19.24
15	1399.9	0.76	5.8060E-09	1.1767E-02	7.38	-27.72	3.6993E-03	-29.36	-48.82	-19.47
16	1672.97	2.63	2.7932E-08	1.1788E-02	9.15	-25.91	3.7010E-03	-28.95	-48.42	-19.06

67

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : A 825427 A 993865

Numéro d'identification de l'appareil : SOLUNA 2

Instruction de confirmation : CONF 31

1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre ≥ 10 V

Tune conforme : oui non

2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1 ≤ 0.5 %

Stabilité conforme : oui non

3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: 095

Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32.76	-28.23	-32.11	-31.24
Ecart-type	0.04	0.06	0.07	0.17

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes ≤ 0.5 %

Précision conforme : oui non

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate: OSAC

Valeurs obtenues (%):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
210417 x Cal Acétate ca	-30.61	-19.99	-33.73	-16.18
210417 x Cal Acétate cl	-30.75	-19.84	-33.57	-16.45

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

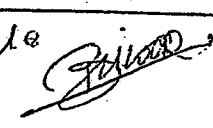
Résultats conformes : oui non

Résultats : ~~CONFORME~~ / ~~NON CONFORME~~

Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

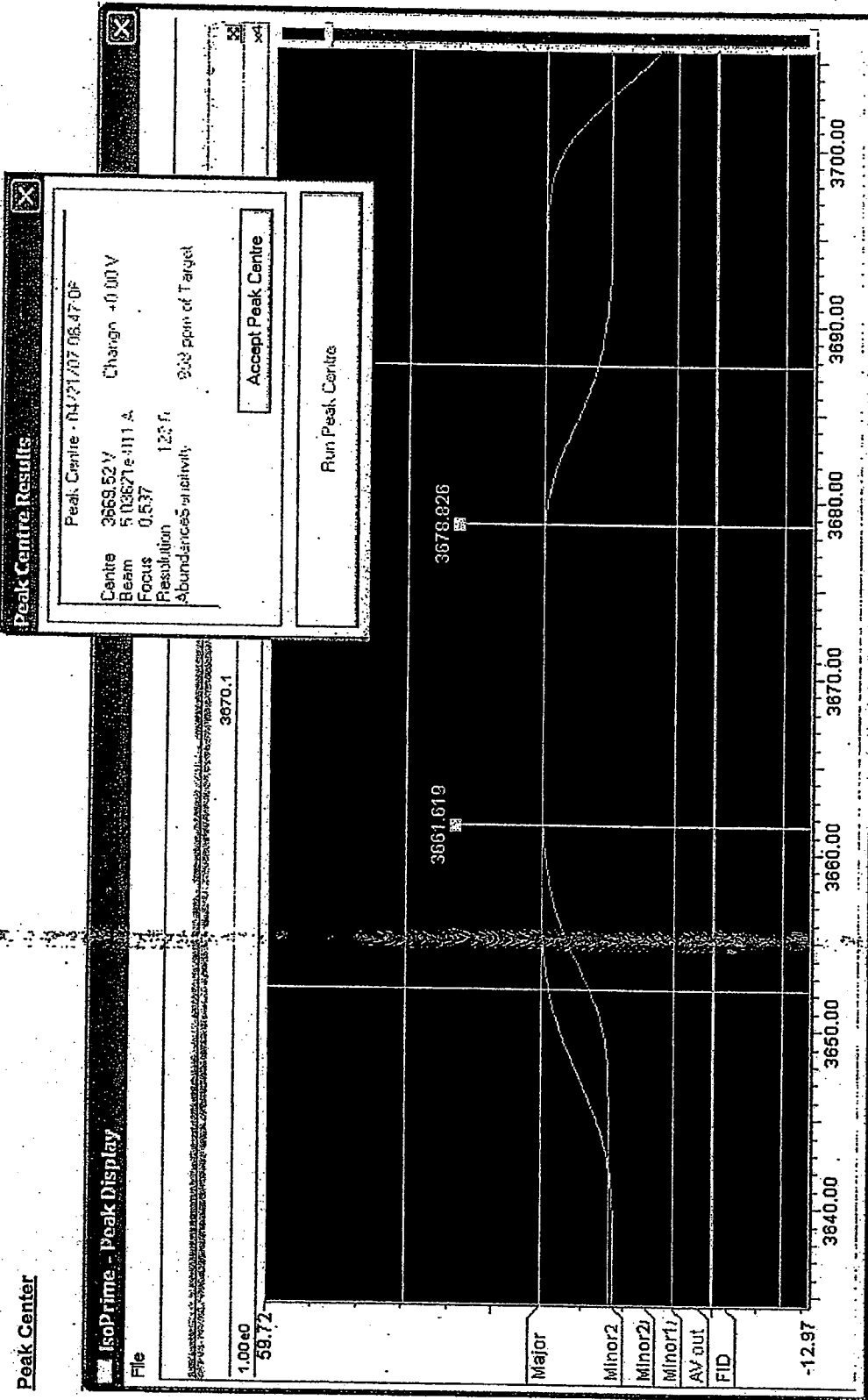
Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
22/4/07	Ref	22/04/07	Le 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

69

21/04/2007

Peak Center



70

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite1.raw	Acquisition Date: 21/4/07 8:48
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.36	37.0	1.1684E-02	3.8124E-03
2	4.35	96.9	1.1684E-02	3.8120E-03
3	4.35	158.9	1.1684E-02	3.8118E-03
4	4.35	218.9	1.1684E-02	3.8112E-03
5	4.36	276.9	1.1684E-02	3.8110E-03
6	4.38	336.9	1.1684E-02	3.8107E-03
7	4.41	396.9	1.1683E-02	3.8096E-03
8	4.46	457.0	1.1684E-02	3.8089E-03
9	4.49	517.0	1.1683E-02	3.8085E-03
10	4.49	577.0	1.1683E-02	3.8088E-03

Mean: 1.1684E-02 3.8105E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.09

Sample Data

Peak No.	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

71

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite2.raw	Acquisition Date: 21/4/07 8:59
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.08	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.47	37.1	1.1683E-02	3.8086E-03
2	4.45	97.0	1.1683E-02	3.8088E-03
3	4.43	157.0	1.1683E-02	3.8088E-03
4	4.41	217.0	1.1683E-02	3.8088E-03
5	4.40	277.0	1.1682E-02	3.8086E-03
6	4.44	337.0	1.1682E-02	3.8088E-03
7	4.43	397.0	1.1682E-02	3.8087E-03
8	4.45	457.0	1.1682E-02	3.8087E-03
9	4.46	517.0	1.1682E-02	3.8087E-03
10	4.47	577.0	1.1683E-02	3.8085E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8087E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.03

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

72

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104stabilite3.raw	Acquisition Date: 21/4/07 9:10
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label: Value: Label: Value: wrt:						
Ratio 1: 13C -38.3 delta 45 -34.63 PDB						
Ratio 2: 18O -20 delta 46 -20.06 PDB						

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.49	37.1	1.1682E-02	3.8084E-03
2	4.51	97.1	1.1682E-02	3.8085E-03
3	4.53	157.1	1.1682E-02	3.8087E-03
4	4.54	217.1	1.1682E-02	3.8083E-03
5	4.57	277.1	1.1682E-02	3.8083E-03
6	4.59	337.1	1.1682E-02	3.8082E-03
7	4.60	397.1	1.1682E-02	3.8081E-03
8	4.62	457.1	1.1682E-02	3.8080E-03
9	4.63	517.2	1.1682E-02	3.8081E-03
10	4.65	577.2	1.1682E-02	3.8079E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8083E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.03

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

73

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B
		Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE :
 Type : DB17-MS JW Scien 122.4732
 Longueur : 30 m
 Diamètre interne : 0,25 mm
 Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION :
 Mode : Split Ratio: 120/30
 Température : 280 °C
 Volume injecté : 2 µl
 ASSURANCE QUALITE
 LNDD
AB
e 18/04/06

CONDITION GC :
 Température initiale : 100°C pendant 4 min
 Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min
 150°C->200°C à 30°C/min
 Température finale : 200 °C pendant 1 min
 Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE :
 Piège à eau: -100°C
 Four à combustion : 850°C
 Ligne de transfert : 350°C

CONFIDENTIEL

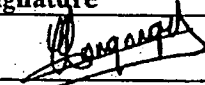
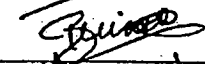
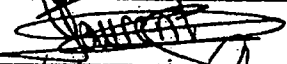
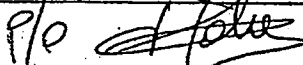
CONDITIONS MS :
 Modé d'acquisition: SIM sur les ions 44, 45 et 46
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s
 à 20s RG open
 à 50s RG close
 à 80s RG open
 à 110s RG close
 à 160 HS close
 à 600s HS open
 à 720s RG open
 à 750s RG close
 à 780s RG open
 à 810s RG open
 Délai avant fin de l'acquisition: 30s

APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date :25/01/2006 2 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	25/01/2006	P/O 

EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document..	25/01/2006

CONFIDENTIEL

#

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 21/4/07 10:17
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None ;
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.91	47.6	1.1682E-02	3.8102E-03
2	4.90	107.4	1.1682E-02	3.8102E-03
7	4.89	747.6	1.1682E-02	3.8122E-03
8	4.92	807.4	1.1681E-02	3.8127E-03

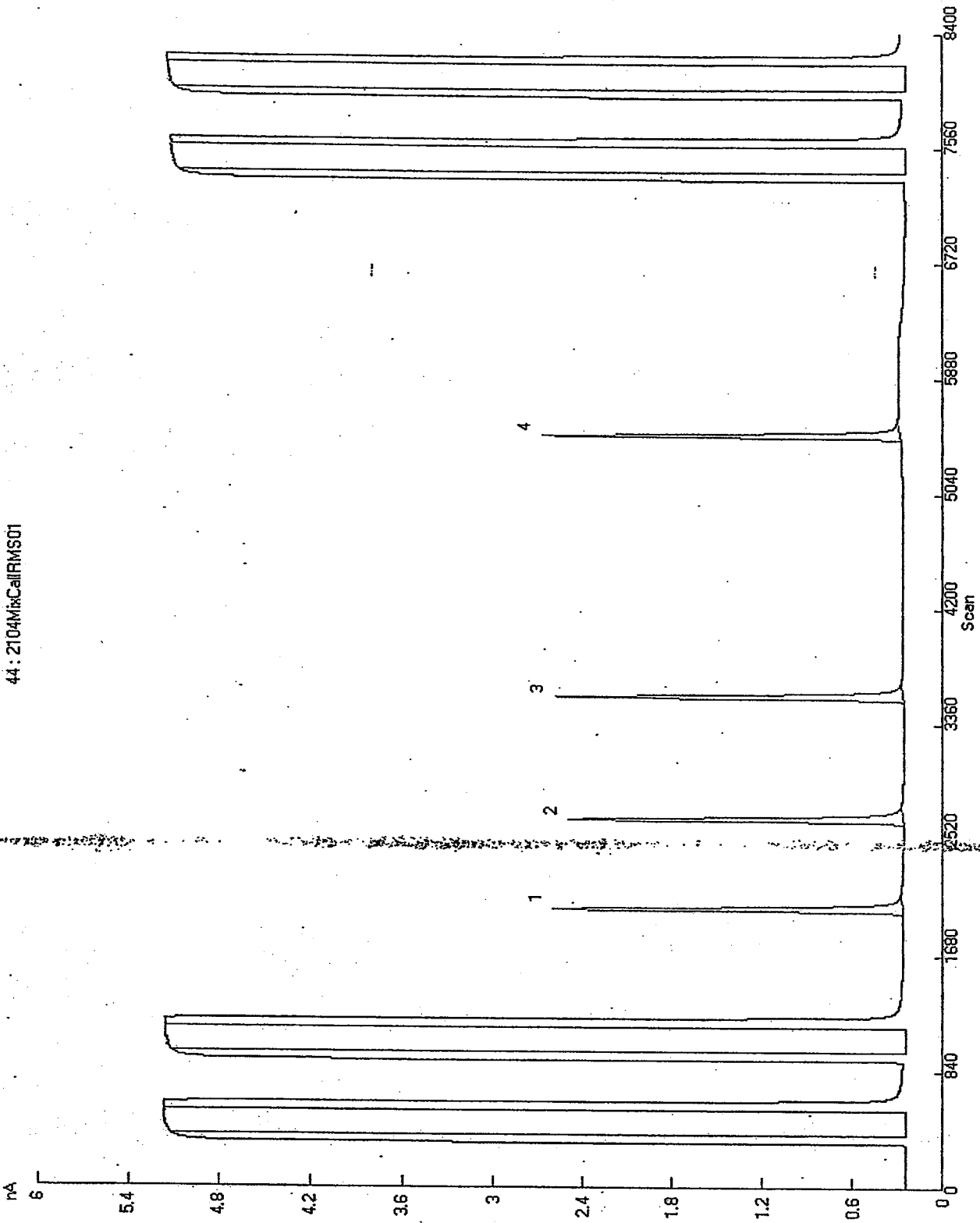
Mean: 1.1682E-02 3.8113E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.04

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	202.0	2.33	7.4168E-09	1.1711E-02	2.49	-32.79	3.7017E-03	-28.56	-48.03	-18.65
2	267.2	2.23	7.2823E-09	1.1763E-02	6.97	-28.17	3.7018E-03	-28.61	-48.09	-18.71
3	356.5	2.32	7.5162E-09	1.1718E-02	3.11	-32.14	3.7014E-03	-28.77	-48.23	-18.86
4	546.9	2.39	7.2405E-09	1.1726E-02	3.79	-31.43	3.7012E-03	-29.00	-48.46	-19.10

76

44 : 2104MirCallRMS01



77

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 21/4/07 10:33
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.05	47.6	1.1682E-02	3.8098E-03
2	5.07	107.5	1.1682E-02	3.8082E-03
7	4.74	747.5	1.1681E-02	3.8120E-03
8	4.77	807.3	1.1681E-02	3.8124E-03

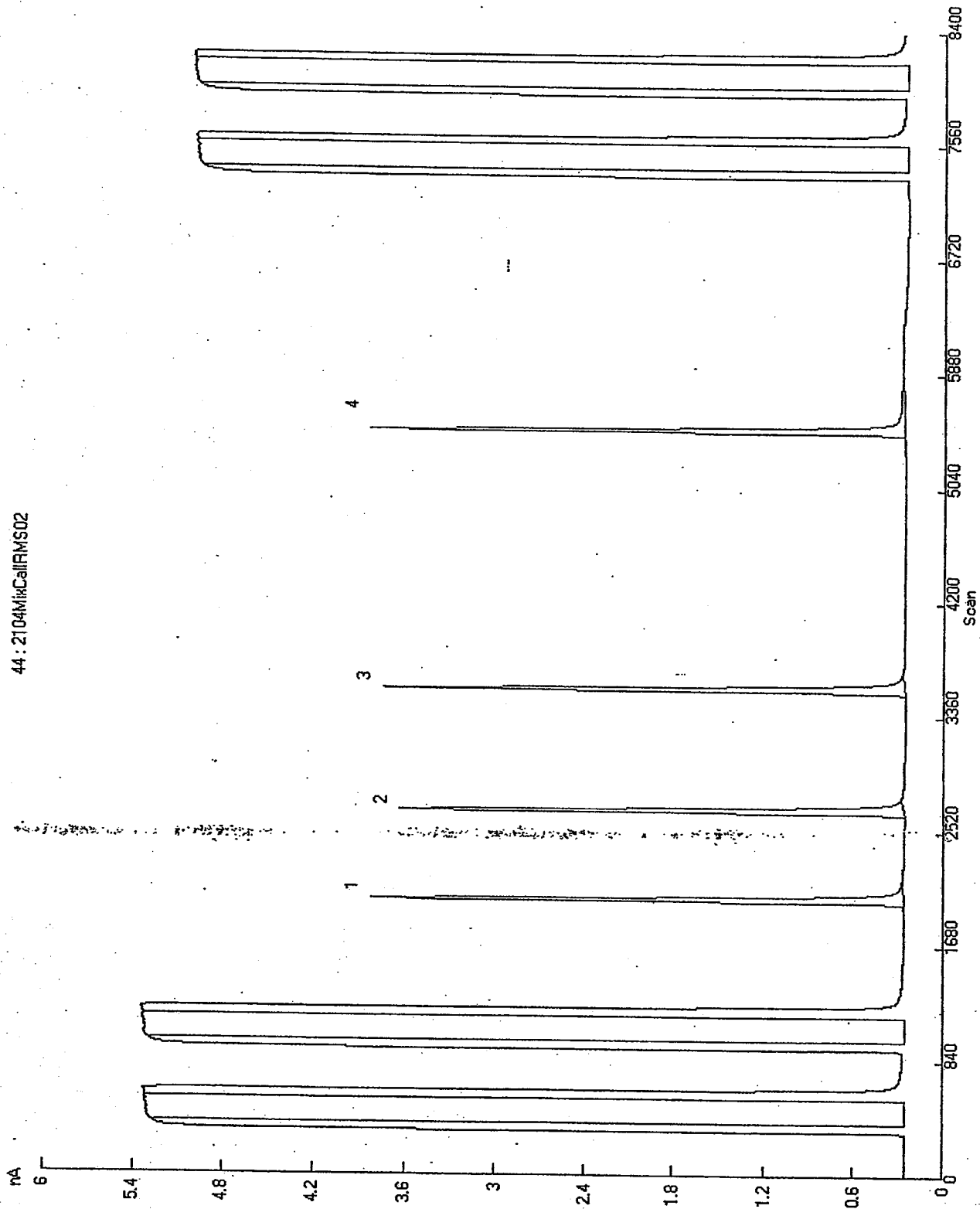
Mean: 1.1681E-02 3.8109E-03
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.12

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.55	1.1073E-08	1.1712E-02	2.56	-32.72	3.7019E-03	-28.36	-47.83	-18.44
2	267.1	3.37	1.0887E-08	1.1762E-02	6.86	-28.28	3.7011E-03	-28.65	-48.12	-18.75
3	356.6	3.49	1.1353E-08	1.1717E-02	3.08	-32.17	3.7003E-03	-28.94	-48.40	-19.03
4	547.0	3.57	1.1396E-08	1.1729E-02	4.11	-31.11	3.7015E-03	-28.82	-48.28	-18.91

78

44: 2104MirCallRMS02



79

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalIRMS03.raw
 Project: controle2007.PRO
 Sample list: 2104.spl
 Line: 6
 MS file: M-AN38B
 Inlet: GC-combustion
 Inlet file: M-AN38b
 Sample ID:
 Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 21/4/07 10:48
 Weight: 0.00
 Injection Volume: 10
 Bottle: 1
 Type:
 Standard:
 Slot Number: JB 251
 Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2 Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.08	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.82	47.5	1.1681E-02	3.8111E-03
2	4.85	107.4	1.1681E-02	3.8104E-03
7	4.93	747.6	1.1681E-02	3.8117E-03
8	4.90	807.4	1.1681E-02	3.8124E-03

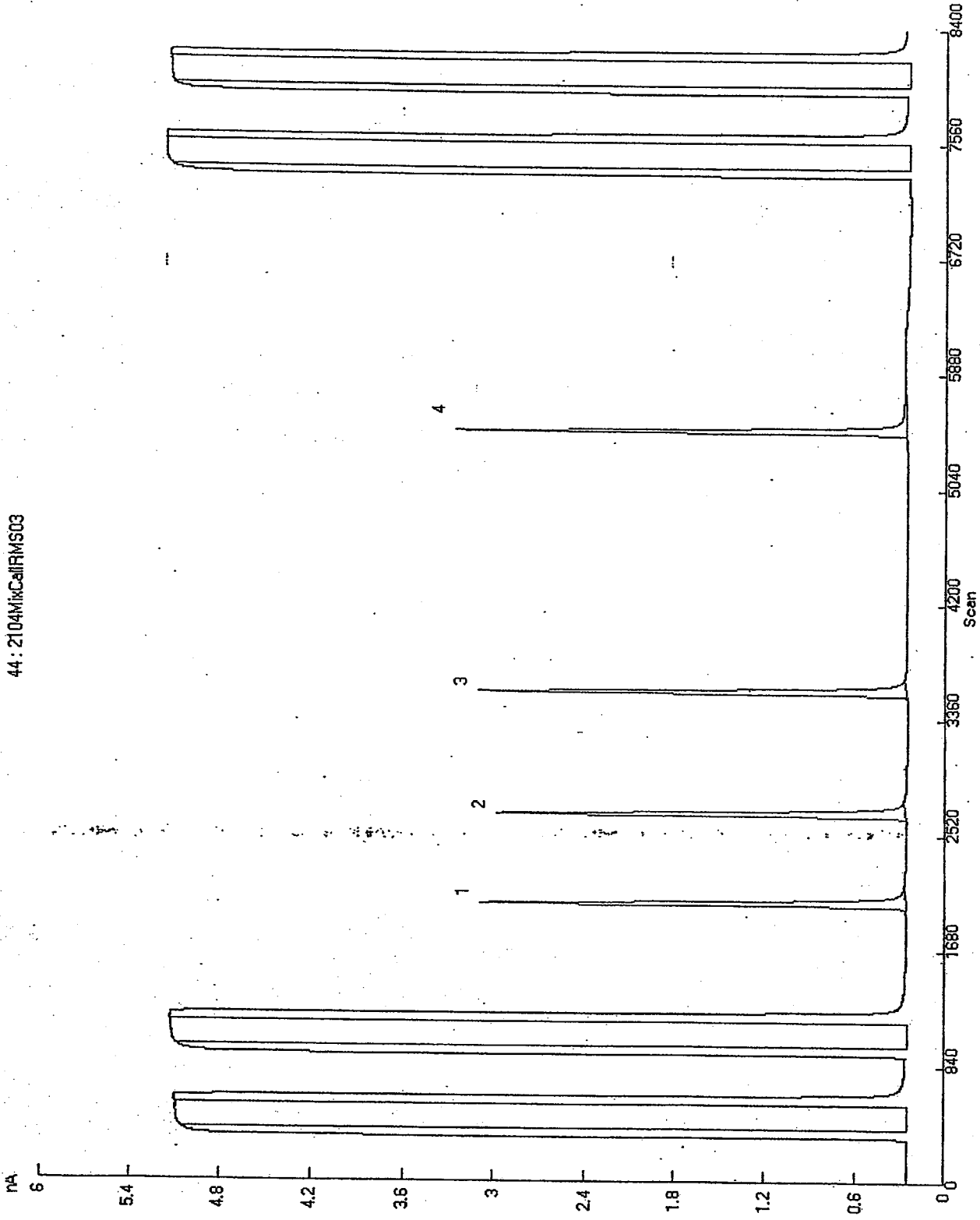
Mean: 1.1681E-02 3.8114E-03
 Std Dev of fit (%): 0.03 0.13

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.3	2.82	9.0657E-09	1.1711E-02	2.52	-32.77	3.7031E-03	-28.31	-47.78	-18.40
2	267.4	2.71	8.9007E-09	1.1762E-02	6.90	-28.24	3.7029E-03	-28.39	-47.87	-18.48
3	356.7	2.84	9.2537E-09	1.1719E-02	3.21	-32.03	3.7011E-03	-28.91	-48.36	-19.00
4	546.8	2.99	9.3863E-09	1.1728E-02	4.01	-31.19	3.6999E-03	-29.32	-48.77	-19.42

80

44: 2104MIXC.IIRMS03



81

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 21/4/07 11:08
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value: wrt:
Ratio 1: 13C -36.3	delta 45 -34.63 PDB
Ratio 2: 18O -20	delta 46 -20.06 PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.98	127.7	1.1681E-02	3.8125E-03
2	5.01	187.5	1.1682E-02	3.8115E-03
3	5.07	247.5	1.1682E-02	3.8105E-03
8	4.82	2427.6	1.1681E-02	3.8126E-03
9	4.88	2487.5	1.1681E-02	3.8129E-03
10	4.97	2547.5	1.1681E-02	3.8131E-03

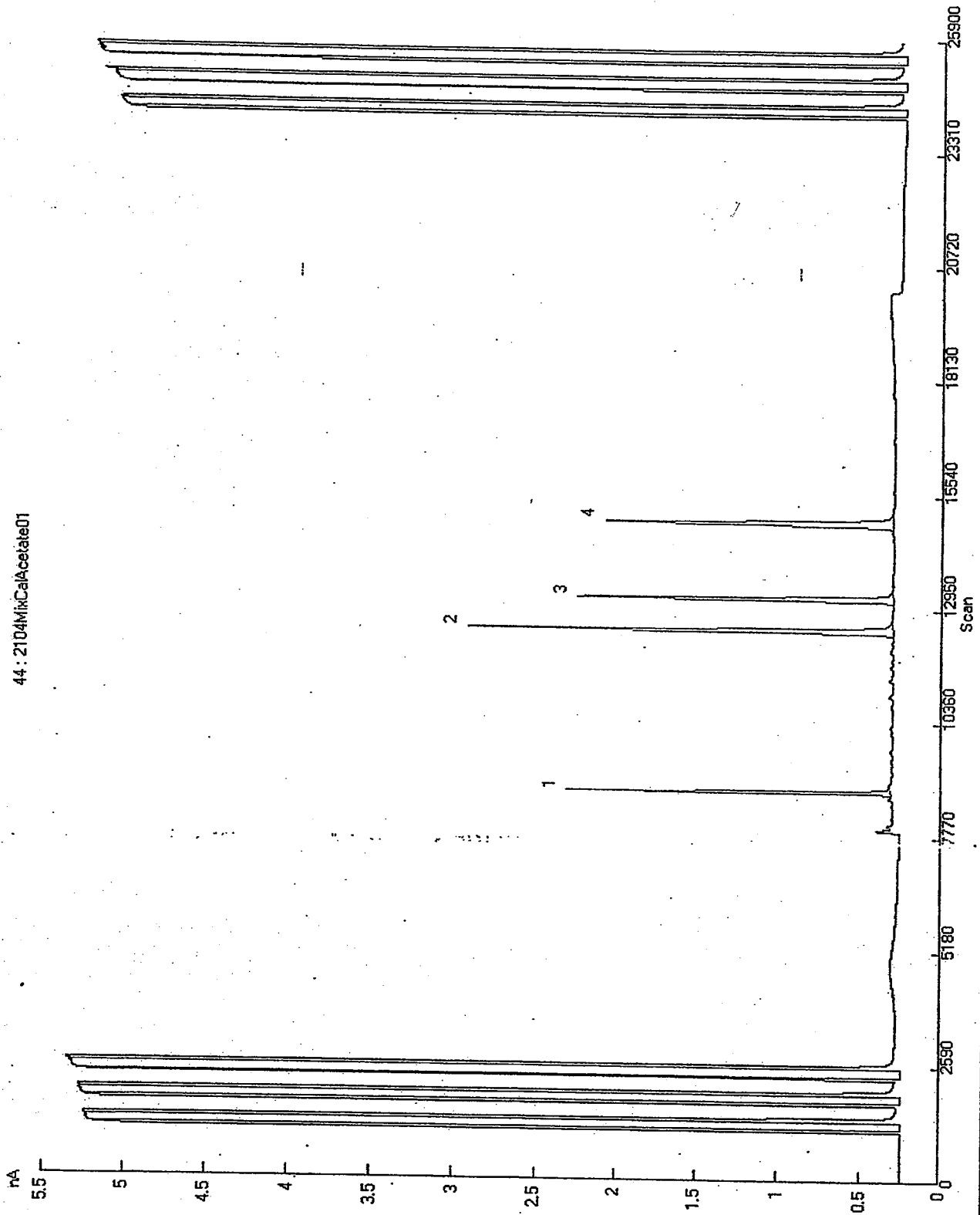
Mean: 1.1681E-02 3.8122E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.19

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.5	2.00	9.3143E-09	1.1735E-02	4.57	-30.64	3.7031E-03	-28.54	-48.00	-18.63
2	1248.7	2.81	1.9166E-08	1.1856E-02	14.91	-19.99	3.7035E-03	-28.49	-47.98	-18.60
3	1321.5	1.95	1.4461E-08	1.1700E-02	1.57	-33.73	3.7030E-03	-28.64	-48.10	-18.72
4	1494.1	1.77	1.6537E-08	1.1899E-02	18.60	-16.18	3.7025E-03	-28.78	-48.28	-18.91

82

44 : 2104MixCalAcetate01



83

Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2104MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 21/4/07 22:35
Project: controle2607.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2104.spl	Injection Volume: 10
Line: 20	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-35.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.99	127.7	1.1679E-02	3.8103E-03
2	5.03	187.5	1.1680E-02	3.8094E-03
3	5.05	247.6	1.1680E-02	3.8084E-03
8	4.73	2427.5	1.1680E-02	3.8102E-03
9	4.77	2487.4	1.1680E-02	3.8106E-03
10	4.90	2547.5	1.1680E-02	3.8109E-03

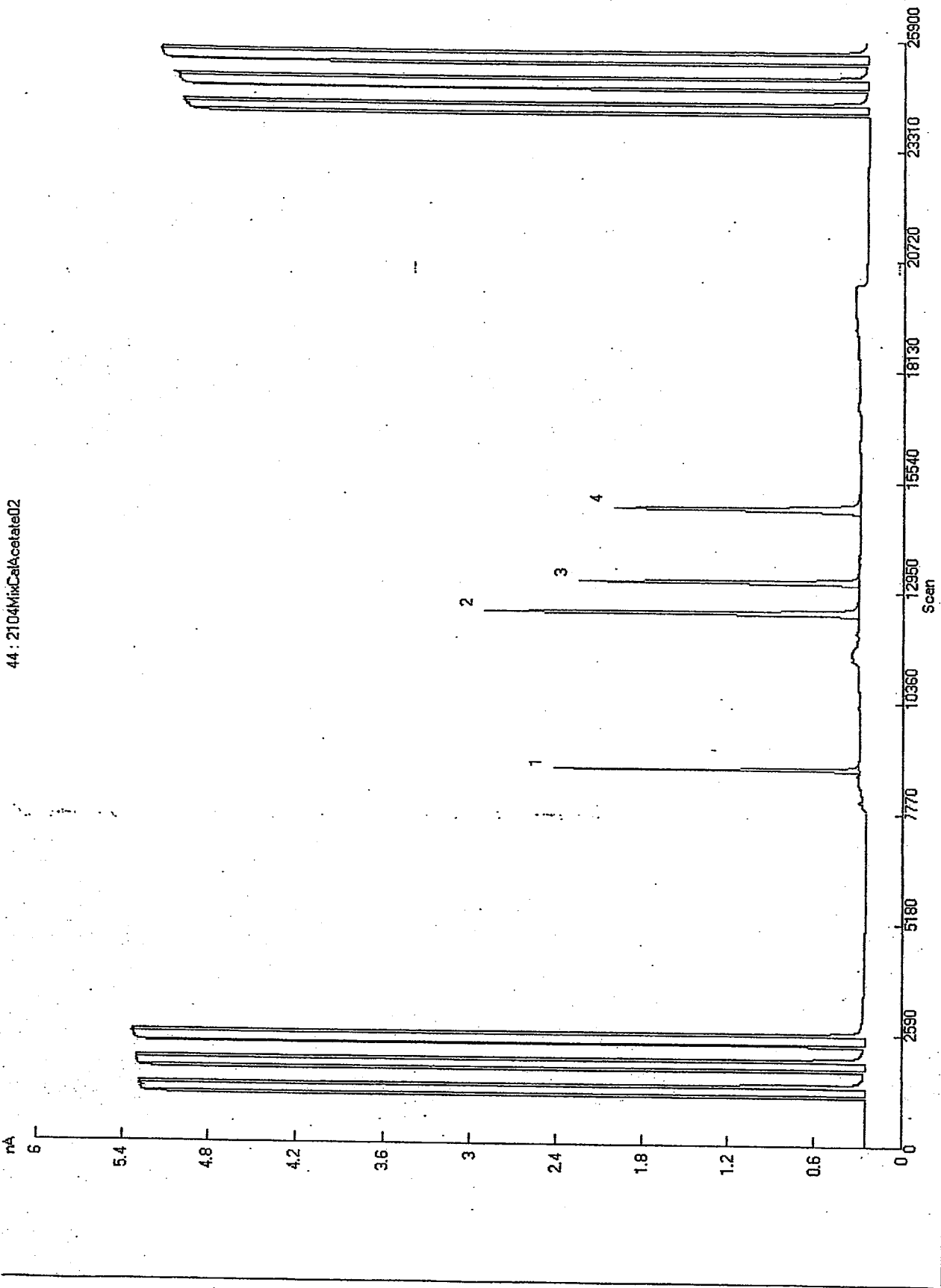
Mean:- 1.1680E-02 3.8100E-03
 Std Dev of fit (%): 0.02 0.19

Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	879.8	2.12	9.7970E-09	1.1732E-02	4.45	-30.75	3.6983E-03	-29.26	-48.72	-19.36
2	1247.5	2.60	1.9343E-08	1.1855E-02	15.04	-19.84	3.6996E-03	-28.97	-48.46	-19.09
3	1320.2	1.94	1.4318E-08	1.1700E-02	1.71	-33.57	3.6991E-03	-29.10	-48.55	-19.19
4	1492.9	1.71	1.5895E-08	1.1894E-02	18.33	-16.45	3.6991E-03	-29.11	-48.60	-19.24

84

44 : 2104MixCatAcetate02



85

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06 Version : F Date : 20/09/2006 Page : 1/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

Echantillon :	A 993865	Instrument :	GC/C/IRMS Isoprime 2
Répertoire :	2104	CO et paraphe :	49 

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2104Blu2F1	2104Blu2F1	2104865F1	2104865F1
tr (s)	880	1497	882	1499
trr	-	1,702	-	1,701
Intensité (nA)	1,7	3,1	1,4	3,4
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,97	-24,58	-30,42	-23,87
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,62	-	-20,84

Fraction F2 (Kétos)

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2104Blu2F2	2104Blu2F2	2104Blu2F2	2104865F2	2104865F2	2104865F2
tr (s)	881	1250	1277	881	1253	1277
trr	-	1,419	1,449	-	1,422	1,450
Intensité (nA)	2,4	3,5	4,0	3,5	5,2	3,3
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,44	-25,53	-24,77	-30,69	-24,73	-23,67
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,67	-21,83	-	-21,79	-20,62

Fraction F3 (Diols)

	Blanc urinaire			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2104Blu2F3	2104Blu2F3	2104Blu2F3	2104Blu2F3
tr (s)	882	1332	1362	1680
trr	-	1,510	1,543	1,904
Intensité (nA)	6,1	7,6	2,4	4,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,83	-27,55	-28,16	-26,82
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,26	-23,00	-21,89

	Echantillon			
	SI	5 β Adiol	5 α Adiol	5 β Pdiol
Nom du fichier	2104865F3	2104865F3	-	2104865F3
tr (s)	882	1328	-	1673
trr	-	1,506	-	1,897
Intensité (nA)	5,0	5,8	-	2,6
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-31,03	-27,21	-	-25,91
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,85	-	-20,81

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✓	
Etio	-19,56	-26,10	α	
Andro	-18,43	-25,02	✓	
5β Adiol	-18,55	-26,97	✓	
5α Adiol	-18,59	-27,40		
5β Pdiol	-18,25	-25,55	α	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-1,05	-0,15	-0,95	-1,75
Andro - 11 Kétoétio	-0,21	1,02	0,22	-0,58
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,36	-0,24	-1,04	-1,84
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,10	-	-	-

Seuil de positivité de l'AMA: $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$
 $\delta^{13}\text{C}$ du composé $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: $\pm 0,8 \text{‰}$

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone.

NB: La valeur isotopique du 5α-androstanediol n'a pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable:

22/04/07 

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

87

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

RAPPORT D'ANALYSE N° 5

Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007

Sport : **USADA**
Épreuve et lieu : **Réanalyse**
Date : **16/04/2007**

COPIE CERTIFIÉE
CONFORME DES DONNÉES
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :

Date : **16/04/2007**
Type de matériel : **Berlinger**
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)

Date de début des analyses : **16/04/2007**

Méthodes d'analyses utilisées : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

Conclusions : L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone

NB : Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 α -androstane diol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CEAUX
Priz
Directeur

Destinataire :

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

Copie :

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

1/1